

Ruhrchemie Aktiengesellschaft  
Oberhausen-Holtten  
HL - Tr/Mm.  
J.-Nr. 42/4/14.

8048  
H. Braun

Oberhausen-Holtten, den 1. Mai 1942.  
13.5.42  
6.28  
Braun

Aufbau und Durchrechnung einer Füllkörper-  
Feinschnittkolonne für Laboratorien.

Dr. phil. Heinrich Tramm  
Haupt-Laboratorium Ruhrchemie A.G., Oberhausen-Holtten.

Mit dem Aufkommen der synthetischen Herstellung von Kohlenwasserstoffen, sei es durch die Ruhrchemie-Fischer-Tropsch-Synthese, sei es durch die Hochdruckhydrierung, wurde das exakte Studium der Reaktionen einzelner Kohlenwasserstoffkomponenten in den letzten Jahren in Deutschland sehr stark in den Vordergrund des Interesses gerückt. Man kann ohne Übertreibung sagen, daß das wichtigste Forschungshilfsmittel in dieser Abteilung der Chemie die Destillationsapparatur ist. Die Amerikaner, die seit Jahren mit Ölproblemen zu tun haben, haben sich schon lange bemüht, hervorragend wirksame Destillationskolonnen für Laboratoriumsuntersuchungen zu schaffen. Die Braun'sche Kolonne und die Podbielniak-Apparatur seien hier als bekannte Beispiele genannt. Die Podbielniak-Apparatur ist für analytische Zwecke bei niedrig siedenden Kohlenwasserstoffen in ihren verschiedenen Abwandlungen fraglos hervorragend geeignet. Sie versagt für präparative Zwecke, da im allgemeinen die gewinnbaren Mengen klein sind und nur für analytische Untersuchungen<sup>2</sup> ausreichen. Die Braun'sche Kolonne ist dagegen für präparative Zwecke geeignet. Sie hat

den Nachteil, bruchempfindlich zu sein, so daß nur gut eingearbeitete Kräfte erfolgreich mit ihr arbeiten können. Außerdem gelingt es nur schwer, die Kolonne ganz adiabatisch zu betreiben.

Auf die Notwendigkeit und Schwierigkeit, bei Laboratoriumskolonnen eine vollständige Wärmeisolation zu erreichen, hat besonders Jantzen in seiner Nomographie "Das fraktionierte Destillieren und das fraktionierte Arbeiten als Methoden zur Trennung von Stoffgemischen" verwiesen. Die Notwendigkeit ergibt sich bekanntlich aus der folgenden Überlegung: Für die Trennschärfe der Kolonnen ist bei Bödenkolonnen die Anzahl Waschböden, bei Füllkörperkolonnen die Waschhöhe der Füllsäule maßgebend. Bei einem bestimmten Rücklauf kann die Kolonne bei maximaler Wirksamkeit nur eine bestimmte Dampfbeaufschlagung vertragen. Strahlt die Kolonne Wärme ab, so kondensieren sich diese Dämpfe zu früh, der Rücklauf setzt beispielsweise schon auf der halben Höhe der Kolonne ein; dadurch wird der obere Teil der Kolonne nicht richtig ausgenutzt. Würde man die Kolonne von außen heizen und hätte die Heizung auch nur etwas höhere Temperatur als die Kolonne, so würde Wärme in die Kolonne einwandern und den vom Kondensator kommenden Rücklauf wieder in Dampf verwandeln, d.h., der untere Teil der Kolonne wäre unwirksam geworden. Einwandfrei arbeitet die Kolonne nur, wenn sie auf ihrer ganzen Länge adiabatisch ist. Bei gut isolierten technischen Kolonnen mit großen Durchmessern und geringer Oberfläche ist die Abkühlung praktisch zu vernachlässigen, wenn sie auch bei hohen Kolonnen, die im Freien stehen und scharfem Witterungswechsel aus-

gesetzt sind, schon fühlbar wird. Bei Laboratoriumskolonnen aber mit kleinen Durchmessern und großer Oberfläche ergeben sich, sowie man größere Kolonnenhöhen anwendet, sehr erhebliche Schwierigkeiten.

Aus den vielen Kohlenwasserstoffproblemen, die in unseren Entwicklungslaboratorien bearbeitet werden, ergab sich immer mehr und mehr die Forderung, eine Kolonne zu entwickeln, die folgende Eigenschaften aufwies:

- 1.) Die Kolonne sollte eine Trennschärfe haben, die etwa 20 bis 40 praktische Böden einer technischen Kolonne entsprach.
- 2.) Die Destillatleistung sollte pro Stunde zwischen 30 und 200 ccm liegen. Mit derartigen Destillatleistungen sind pro Tag in der Größenordnung von 1 bis 5 l Reinprodukt zu erzielen.
- 3.) Die Einsatzmenge in die Blase sollte in der Größenordnung von etwa 1 bis 20 l liegen.
- 4.) Die Kolonne sollte einfach im Aufbau sein, damit nicht durch ungeschickte Handhabung ein Bruch entsteht, der infolge der Kompliziertheit des Aufbaues schwer reparabel ist.
- 5.) Die Kolonne sollte möglichst vollautomatisch sein, damit auch ungelernte Arbeitskräfte ohne weiteres und unter optimalen Bedingungen mit der Apparatur arbeiten können und dementsprechend eine große Anzahl von Apparaturen aufgestellt werden kann, die alle zuverlässige und übereinstimmende Werte geben.

Die im nachfolgenden beschriebene Apparatur erfüllt nach unseren Erfahrungen diese Anforderungen. Wir haben 3 Typen entwickelt, und zwar

- 1.) eine mittlere Laboratoriumstypen mit 3 l Glaskolben und 1 m wirksamer Kolonnenhöhe, Destillatleistung 30 bis 60 ccm/Std. bei 50 bis 100-fachem Rücklauf.
- 2.) eine Kolonne mit 20 l - Blase und wirksamer Kolonnenhöhe von 1 bzw. 2 m. Die Kolonne ist verlängerbar. Die Apparatur ist aus Eisen, hat aber dieselbe Trennschärfe wie die Glasapparatur, falls 1 m Kolonne verwendet wird. Bei 2 m Kolonne ist die Trennschärfe wesentlich verbessert. Die Abnahme an Reinprodukt beträgt 80 bis 200 ccm/Std.
- 3.) eine kleinere Apparatur mit 30 cm Kolonnenhöhe und 0,5 l - Kolben.

Die Apparatur und die gewonnenen Meßresultate sollen jetzt näher geschildert werden. Wir haben uns grundsätzlich wegen der Einfachheit des Aufbaues zu einer Füllkörpersäule entschlossen. Der gesamte Aufbau der Apparatur ist in der Abbildung 1 dargestellt. Wie man sieht, besteht die eigentliche Destillationsapparatur aus dem Kochkolben, der in einem elektrisch geheizten Aluminiumtrichter montiert ist. Mittels Schliff ist eine Füllkörpersäule aufgesetzt, die eine Füllhöhe von 1 m besitzt. In die Füllkörpersäule ist oben ein Rückflußkühler für Totalkondensation eingeführt. Die Säule ist gefüllt mit 2 mm Prymringsen. Bei Vakuumbetrieb, auf den wir später noch zu sprechen kommen, wird eine Füllung mit 3 mm Prymringsen vorgenommen. Unterhalb des Kondensators ist

eine Abnahmetasse zu erkennen, in die das Kondensat von der Spitze des Kondensators abtropft. Die Abnahmetasse trägt selber wieder eine Spitze, die das Kondensat auf die Mitte der Füllkörperschicht auftropfen läßt. Von der Abnahmetasse führt eine Kapillare zu einem Nadelventil, etwa der bekannten Konstruktion der Firma Andreas Hofer, Mülheim. Diese Ventile sind sehr gut einstellbar und bei dem durch die Ablauftasse gegebenen gleichmäßigen Vordruck gewährleisten sie ein vollkommen gleichmäßiges Abtropfen des Destillates in eine graduierte Vorlage, deren Entlüftung ebenso wie die Entlüftung der ganzen Kolonne an ein Tiefkondensatgefäß angeschlossen ist. Aus der Vorlage kann das Kondensat von Hand abgezogen werden. Unterhalb des Ablaufgefäßes, aber außerhalb des Tropfbereiches, befindet sich die Thermomeßstelle. Die Kolonne ist umgeben von einer doppelten Isolierschicht. In der schon erwähnten Schrift von Jantzen wird empfohlen, Laboratoriumskolonnen zwecks Erreichung adiabatischen Arbeitens mit einer Isolierung zu umgeben, die außen geheizt ist, wobei die Heizung ihrerseits wieder mit einer Isolationsschicht umgeben ist. An sich ist diese Anordnung günstig, denn die Isolation zwischen Heizung und Kolonne bewirkt, daß nur ein schwacher Wärmeübergang zur Kolonne da ist. Wir haben aber gefunden, daß diese Anordnung von Jantzen noch nicht genügt. Es ist uns gelungen, sie wesentlich zu verbessern. Ideal wäre die Anordnung von Jantzen dann, wenn die Zwischenheizung in der Isolationsschicht immer genau die Temperatur des Kolonneninnern hätte; dann ist tatsächlich der Idealzustand des Wär-

meüberganges 0 erreicht. Wir haben diese Forderung durch eine einfache automatische Regelung der Heizung praktisch zu erfüllen vermocht. Im Kolonneninnern befindet sich ein schmales Glasrohr, das unten geschlossen ist und das durch eine Durchschmelzung oberhalb der Isolation aus der Kolonne ausgeführt wird. Das Glasrohr ist verbunden mit einem Schenkel eines Quecksilbermanometers. Innerhalb der Isolation, dicht an der Zwischenheizung, befindet sich ein zweites ebensolches Glasrohr, das mit dem zweiten Schenkel des Quecksilbermanometers verbunden wird. Die beiden Glasrohre wirken als Luftthermometer. In dem Quecksilbermanometer sind Kontakte angebracht. Die Höhe des Quecksilbers ist durch ein mittleres Niveauröhrchen einstellbar. Wird jetzt die Kolonne angeheizt, so erwärmt sich das innere Luftthermometer und drückt auf die Quecksilberkuppe. Dadurch wird der Strom zwischen den beiden Einschmelzkontakten unterbrochen. Durch die Unterbrechung wird ein Relais eingeschaltet, das den Heizstromkreis der Zwischenheizung an Spannung legt. Wird die Zwischenheizungstemperatur höher als die Kolonnentemperatur, so schaltet sich dadurch, daß die Quecksilbersäule wieder Kontakt gibt, die Heizung automatisch aus. Steigt die Kolonnentemperatur während der Destillation, so schleppt sie auf diese Weise automatisch die Zwischenheizungstemperatur mit. Die Regelung hat sich ausgezeichnet bewährt und läuft vollkommen einwandfrei. Damit war die Sicherheit gegeben, wirklich die ganze Kolonnenhöhe für die Rektifikation auszunutzen. Bei höheren Kolonnen kann die Heizung in der Höhe unterteilt werden.

Wir kommen nunmehr zu den Messungen über die Trennschärfe der Kolonne. Eine grundlegend wichtige Arbeit über die Rektifizierwirkung von Füllkörpersäulen ist im VDI-Beiheft Verfahrenstechnik 1941 Nr. 3 von Kirschbaum erschienen. Um die Kolonne auf ihre Wirksamkeit zu untersuchen, war es zuerst nötig, die Gesamtrücklaufmenge zu messen. Wir entwickelten hierfür eine eigene Apparatur, die später in einer Gebrauchsmusteranmeldung der Firma Henkel, Düsseldorf, unabhängig von uns veröffentlicht wurde. Zwischen Kolonne und Kolben wurde ein Überlaufgefäß eingeschaltet. Der gesamte Rücklauf aus der Kolonne lief in das Überlaufgefäß hinein, das, ähnlich wie eine Soxleth-Apparatur, mit einem Heber versehen war und jeweils nach Erreichung eines bestimmten Niveaus abheberte. Man brauchte dann nur die Anzahl der Füllungen pro Minute zu messen und konnte auf diese Weise die gesamte Kolonnenbeaufschlagung exakt erfassen. Nach Angaben von Kirschbaum in seinem Buche "Destillier- und Rektifizierteknik" arbeitet eine Füllkörpersäule immer dann optimal, wenn der Gegendruck in der Kolonne pro Meter Kolonnenhöhe bei etwa 50 bis 70 mm Wassersäule liegt. Dieser Wert ist nach Kirschbaum unabhängig vom siedenden Kohlenwasserstoff, vom Durchmesser der Füllkörper und von der Siedetemperatur. Es ist natürlich klar, daß bei Änderung des Rücklaufverhältnisses bzw. Änderung des siedenden Kohlenwasserstoffs bzw. Änderung der Ringdurchmesser zu dem gleichen Widerstand ganz verschieden aufsteigende Dampfmen gen gehören. Die optimale Trennschärfe wird aber immer bei dem genannten Widerstand erreicht. Um diese von Kirschbaum gefundene Gesetzmäßigkeit für unsere Kolonne auszunutzen,

wurde folgende zweite automatische Vorrichtung an der Kolonne angebracht: Außer dem Luftthermometer wurde ein zweites, dieses Mal nicht unten geschlossenes, sondern unten offenes Rohr durch die Kolonnenmitte bis an den oberen Rand des Kochkolbens geleitet. Technisch wurde es so ausgeführt, daß das offene Rohr im Innern des Luftthermometers verlief, weil so die geringste Störung der Füllkörperschicht erreicht wurde. Dieses Rohr überträgt den Druck im Kochkolben auf ein Quecksilbermanometer, das auf der anderen Seite offen ist und das, da die Kolonne ja zur Atmosphäre entlüftet ist, den Differenzdruck zwischen dem Kochkolben und dem Kolonnenkopf anzeigt. Das Quecksilbermanometer trägt gleichfalls 2 Kontakte, die auf ein Relais arbeiten und die Heizung des Aluminiumtrichters steuern. Durch Verschiebung des Quecksilberniveaus kann man die Heizung auf verschiedene Differenzdrucke einstellen. In der Abbildung 2 ist eine Kurve gegeben, die die Liter gesamter Destillatleistung in Abhängigkeit vom Quecksilberdruck zeigt. Bei dem von Kirschbaum empfohlenen Druck von 5 mm Quecksilber = 65 mm Wassersäule ergibt sich für die Kolonne, die 30 mm Durchmesser hat und mit 2 mm Prymrings gefüllt ist, bei siedendem Heptan eine Destillatleistung von ca. 3 l/Std. Nimmt man 30 ccm Reinprodukt ab, so ergibt sich damit ein Rücklaufverhältnis von 1:100. In der Abbildung 3 sind die von Kirschbaum an 8, 25, 35 mm Raschigringen gemessenen Kurven gestrichelt eingetragen und daneben die von uns an 2 mm Ringen gemessene Kurve. Als Ordinate ist der Druckverlust der 1 m - Kolonne in Millimeter Wassersäule aufgeschrieben, als Abszisse

die Dampfgeschwindigkeit in cm/sec. Man sieht, daß die Kurve sich gut in die von Kirschbaum gefundene Kurvenschar einfügt. Der von Kirschbaum empfohlene Druckverlust von 65 mm W.S. liegt bei einer Dämpfgeschwindigkeit von ca. 26 cm/sec. Es war nun festzustellen, welche Trennschärfe die Kolonne bei dieser Dämpfgeschwindigkeit hat und ob die von Kirschbaum an sehr viel größeren Ringabmessungen angestellten Beobachtungen auch für unsere Kolonne zutreffend waren. Als Testgemisch wurde eine Mischung von Heptan und Toluol gewählt. Beide Substanzen waren von außerordentlicher Reinheit. Sie siedeten innerhalb von  $0,1^{\circ}\text{C}$ , ihre Daten waren die Folgenden:

$$\begin{array}{l} \text{Heptan} \quad d_{20} = 0,6837 \\ \quad \quad \quad nd_{20} = 1,3878 \end{array}$$

$$\begin{array}{l} \text{Toluol} \quad d_{20} = 0,8666 \\ \quad \quad \quad nd_{20} = 1,4969 \end{array}$$

Da in der Literatur an einigen Stellen erwähnt ist, daß zwischen derartigen Körpern Minimumgemische auftreten, haben wir die Refraktions- und Dichtekurve von Heptan-Toluol-Mischungen, steigend von 0 bis 100 % der einen Komponente in der anderen, noch einmal genau aufgenommen und festgestellt, daß sie vollkommen mit der errechneten Kurve übereinstimmt, d.h., irgendwelche Volumenkontraktionen treten nicht auf. Damit ist auch die Wahrscheinlichkeit, daß Minimumgemische auftreten, gleich Null. Wir haben weiterhin die Flüssigkeitsdampfgleichgewichtskurve experimentell neu aufgenommen. Diese von uns aufgenommene Kurve ist für die Messung der Trennschärfe der Kolonne verwendet worden (siehe Kurve 4). Die Messung geschah so, daß

bei geschlossenem Abnahmehahn, d.h. bei totalem Rücklauf, etwa 1 Std. lang destilliert wurde, sodann wurden kleine Proben entnommen, und Refraktion und Dichte dieser Kopfprodukte jeweils festgestellt. Nach der bekannten Konstruktion von Thiel Mc. Cabe wurde dann die theoretische Bödenzahl errechnet. Wie man sieht, gelang es, bei einem Einsatzprodukt von 50 Mol.% Heptan zu 50 Mol.% Toluol ein Endprodukt zu bekommen, das 97,5 % Heptan enthielt. Hieraus ergibt sich die wirksame Bödenzahl mit 14 theoretischen Böden. Da man den Kochkolben selbst als Boden abrechnen muß, so ergibt sich die Bödenzahl der eigentlichen Kolonne mit 13 theoretischen Böden oder ca. 20 praktischen Böden. Kurve 4a gibt eine praktisch aufgenommene Trennkurve eines 50:50 Gemisches von Heptan - Toluol bei einem Rücklaufverhältnis von 1:100 wieder. Wir haben neben der Kurve jeweils den Heptangehalt der einzelnen Fraktionen aufgeschrieben. Man sieht, daß die Kolonne ein 97,5 %iges Heptan während einer langen Destillationsstrecke macht. Allmählich steigt dann die Toluolverunreinigung in Heptan ein wenig an, um dann innerhalb von wenigen Prozenten Destillat auf sehr hohe Werte heraufzusteigen. Innerhalb von etwa 8 - 10 % Destillat, das als unreines Heptan - Toluol - Gemisch anfällt, verschwindet das Heptan vollständig und ein 100 %iges Toluol kann am Kopf der Kolonne abgenommen werden. Da Heptan und Toluol nur  $10^{\circ}\text{C}$  auseinander sieden, sieht man die gute Wirksamkeit, die eine solche Kolonne mit 14 theoretischen Böden hat. Diese Messungen waren gemacht worden bei 5 mm Hg. Druckverlust in der Kolonne. Kurve 5 gibt an, wie

die theoretische Bödenzahl sich mit Veränderung des Druckverlustes ändert, d.h., wie der Wirkungsgrad der Kolonne variiert. Man sieht, daß das Maximum tatsächlich bei 5 - 6 mm liegt. Zu kleineren Drucken hin erfolgt ein verhältnismäßig schnellerer Abfall, zu größeren Differenzdrucken hin ein langsamer Abfall, der dann aber plötzlich, von uns allerdings nicht gemessen, zu einem sehr scharfen Abfall führt in dem Augenblick, in dem die Kolonne anfängt, zu tragen. Macht man sich die Verhältnisse noch einmal an der Abbildung 3 klar, so zeigt sich, daß der flache Abfall bei stark steigenden Druckverlusten bedeutet, daß die Dämpfegeschwindigkeit in diesem Gebiet wegen des sehr steilen Verlaufes des Druckverlustes mit der Dämpfegeschwindigkeit nur sehr schwach ansteigt. Die Bödenzahl variiert von 13,5 bis 10,5, d.h., die Wirksamkeit der Kolonne um fast 30 %. Man sieht also, wie wichtig die gute Einregelung der Heizung ist. Die Heizung muß nicht nur konstant sein, sondern sie muß auch den für die Füllkörperkolonne optimalen Wert erreichen, der am besten und einfachsten durch den Druckverlust festgelegt wird. Zur Ergänzung bringen wir noch in einer Abbildung 6 in einer Kurve den Zusammenhang zwischen der Anzahl der theoretischen Böden pro Meter Kolonnenhöhe und Durchmesser der Füllringe. Man sieht, daß mit fallendem Durchmesser die Anzahl der theoretischen Böden pro lfd. Meter, jeweils gemessen bei optimaler Beaufschlagung der Kolonne, ansteigt. Die 3 unteren Meßpunkte entstammen den Arbeiten von Kirschbaum, der obere Meßpunkt ist unseren Arbeiten entnommen. Man sieht, daß sich die Punkte

sehr gut in einer Kurve zusammenfügen. Durch die Messungen von Kirschbaum, die von uns nach der Seite der Laboratoriumskolonnen hin ergänzt wurden, sind die Füllkörperkolonnen etwas des Geheimnisses entkleidet, das sie umwitterte, und dem Rechenstift recht zugänglich geworden.

Es bleibt jetzt noch übrig, auf einige Zusatzeinrichtungen einzugehen, die nach unserer Auffassung für die allgemeine Brauchbarkeit des Gerätes wesentlich sind.

- 1.) Das ganze Gerät ist in einem soliden 3-Rohr-Stativ montiert und bildet eine Einheit, die an beliebigen Stellen ohne große Raumbeanspruchung aufgestellt werden kann. Infolge der niedrigen Höhe der Kolonne von nur 1 m ist ein besonderer Aufstellungsraum nicht erforderlich. Die Rohre des Stativs werden dabei ausgenutzt teils zur Fortführung der elektrischen Leitungen, teils für die Zufuhr und Abfuhr des Kühlwassers.
- 2.) Die Kolonne ist ausgerüstet mit Thermoelementmessung. Dabei haben wir die 2. Lötstelle des Thermoelementes nicht wie üblich in Eis, sondern in siedendem Wasser angebracht. Das Kölbchen mit dem Wasser befindet sich in einer elektrischen Heizung. Es trägt oben ein einfaches Aufsatzrohr als Rückflußkühler. Die Heizung ist so eingestellt, daß das Wasser ganz schwach siedet. Diese Vorrichtung hat verschiedene Vorteile.
  - a) Die Siedetemperatur der Kohlenwasserstoffe ändert sich bekanntlich mit dem Barometerstand. Da sich die Siedetemperatur des Wassers, wenn auch nicht genau gleich, aber doch größenordnungsmäßig gleich mit dem Barometer-

stand ändert und das Thermoelement Temperaturdifferenzen mißt, braucht im allgemeinen, falls nicht sehr genau gearbeitet werden muß, eine Korrektur der abgelesenen Siedewerte nicht vorgenommen zu werden.

- b) Da das Wasser immer mit Sicherheit kocht, tritt nicht die bei Eis gegebene Gefahr auf, daß durch ein Versehen des Bedienungspersonals die ganze Temperaturmessung unsicher wird.
- c) Da bei  $100^{\circ}\text{C}$  der Nullpunkt liegt, braucht man, wenn man beispielsweise eine Analyse eines zwischen  $30$  und  $250^{\circ}\text{C}$  siedenden Benzins zu machen hat, nur Temperaturdifferenzen von  $70^{\circ}\text{C}$  nach unten und  $150^{\circ}\text{C}$  nach oben im Millivoltmeter abzulesen, statt  $250^{\circ}\text{C}$  bei Verwendung von Eis. Dadurch kann man empfindlichere Meßinstrumente verwenden und größere Meßgenauigkeiten erreichen. Sehr bewährt hat sich übrigens das Lichtzeigergalvanometer von Hartmann & Braun, für diese Zwecke.

3.) Wir kommen nun noch zu einer besonders wichtigen Zusatzeinrichtung. In sehr vielen Fällen reicht die Destillation bei Atmosphärendruck nicht aus, weil die Siedetemperaturen der Kohlenwasserstoffe so hoch werden, daß schon Zersetzungen zu befürchten sind. Man muß hier immer überlegen, daß die Temperaturen im Kolben wesentlich höher sind als die Temperaturen am Kopf der Kolonne. Hier muß Vakuum angewendet werden. Für analytische Zwecke haben wir uns grundsätzlich entschlossen, bei einem festen Vakuum von  $50$  mm Hg. absolut zu arbeiten. Hierdurch wird eine Siedepunktsdepression von rd.  $100^{\circ}\text{C}$  erreicht. Die

genaueren Werte ergeben sich aus dem bekannten Nomogramm. Wir haben verzichtet, auf ein noch niedrigeres Vakuum zu gehen, weil dann

- a) die Dämpfgeschwindigkeiten infolge des ungeheuer anwachsenden Dampfolumens unbeherrschbar groß werden,
- b) die Druckdifferenzen in der Kolonne schon in der Größenordnung des angewendeten Vakuums liegen und
- c) schon kleine Schwankungen im Vakuum sehr große Differenzen bei der Rückrechnung der Siedetemperatur auf Normaldruck ergeben.

Wir können bei 50 mm Vakuum im allgemeinen Substanzen destillieren, die bis etwa  $350^{\circ}$  unter Normaldruck sieden. Die Zusatzeinrichtung für die Vakuumdestillation sei jetzt noch kurz an Hand der Abbildung 1 geschildert. Sie besteht aus einem Vorvakuumkolben, an dem auf der einen Seite ein Steueranometer sowie die Tiefkühlvorrichtung und ein besonderes Abnahmegefäß für das Destillat angeschlossen ist. Auf der anderen Seite ist der Vorvakuumkolben über eine Quecksilberrückschlagsicherung an die Vakuumpumpe angeschlossen. Die Vakuumpumpe wird gesteuert durch das Quecksilbermanometer, und zwar wird der Druck im Vorvakuumgefäß auf genau 50 mm Hg. eingestellt. Unterschreitet der Druck diesen Wert, so schaltet sich die Vakuumpumpe aus. Ein Nachströmen von Luft aus der Vakuumpumpe ist unmöglich infolge der Quecksilberrückschlagsicherung. Bei Überschreiten des Druckes von 50 mm schaltet sich die Vakuumpumpe automatisch wieder ein. Die Entlüftung der Kolonne

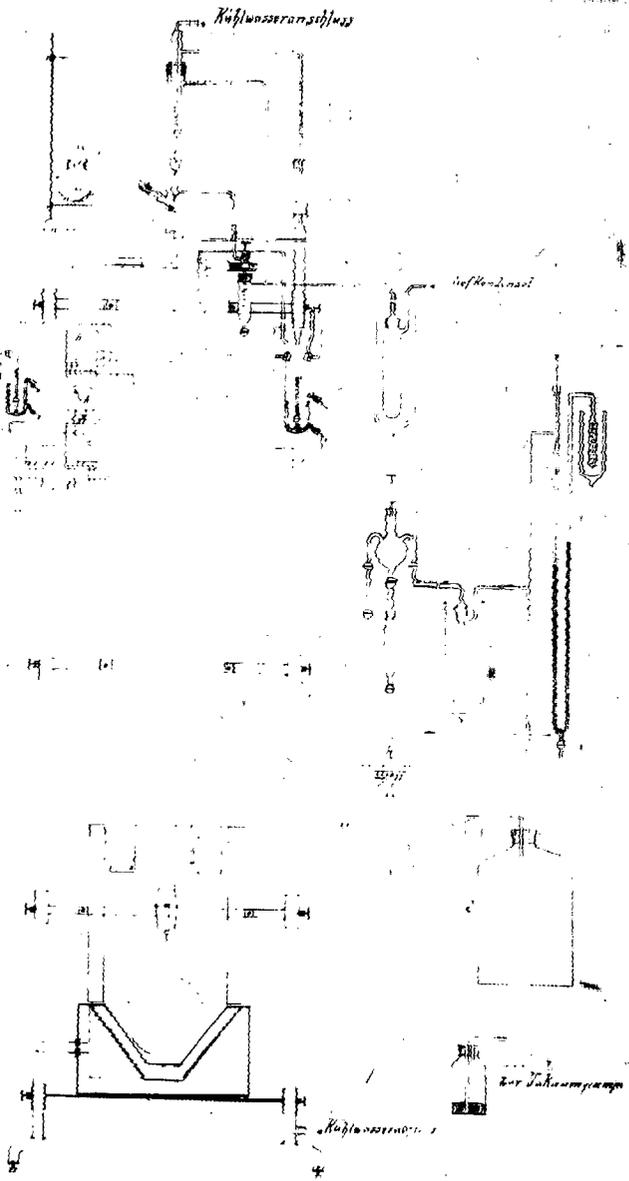
ist in diesem Falle selbstverständlich auch an die Vakuumeinrichtung angeschlossen und ebenso wird der zweite Schenkel des Manometers, das die Heizung steuert, an Vakuum mit angeschlossen. Im übrigen arbeitet die Kolonne ganz unverändert. Sowohl die Steuerung der Kolonnenheizung wie die Steuerung der Kolbenheizung funktionieren auch in diesem Falle ganz einwandfrei. Destilliert man ein Produkt (siehe Kurve 8), das beispielsweise bei ca.  $160^{\circ}\text{C}$  anfängt zu sieden, bis  $340^{\circ}\text{C}$ , so würde man bis  $210^{\circ}\text{C}$  unter Normaldruck arbeiten und dann die Apparatur für kurze Zeit ausschalten, damit sie entsprechend abkühlt. Man kann dann ohne weiteres im Vakuum weiterdestillieren. Die Siedekurven, die im Vakuum und bei Normaldruck gefunden werden, schließen sich vollkommen aneinander an.

Zum Schluß seien noch einige Worte über die Größe der Ausführung der Apparatur gesagt. Diese ist, wie schon oben erwähnt, mit einer 20 l Blase versehen. Der Kolonnendurchmesser beträgt statt 30 mm 40 mm. Die Kolonne ist mit der gleichen Heizungssteuerung versehen wie die Kolonne der Laboratoriumsapparatur. Sie ist so konstruiert, daß sie aufgestockt werden kann, so daß hier auch mit 2 m Kolonnenhöhe gearbeitet werden kann. Dadurch wird die Schnittschärfe praktisch verdoppelt. Die Heizung der Blase wird gleichfalls durch Druck gesteuert, nur ist es hier nicht nötig, das Druckübertragungsrohr durch das Kolonneninnere zu führen, weil die Anschlußmöglichkeit bei der Metallblase ohne weiteres gegeben ist. Man schließt also die Drucksteuerung einfach am Deckel an. Bei gleicher Trennschärfe wie die Laboratoriumskolonne ist

die Destillationsleistung etwa verdoppelt. Man wird vielleicht die Frage stellen, warum wir im Kolonnendurchmesser bei dieser Kolonne nicht über 40 mm gegangen sind. Der Grund hierfür ist folgender: Die große Apparatur soll dazu dienen, auch aus komplizierten Gemischen schon kleine Anteile mit möglicher Reinheit herauszuschneiden. Hierfür ist aber bekanntlich nicht nur die Trennschärfe der Kolonne maßgebend, sondern auch der sogenannte "hold up", d.h., diejenige Menge Destillat, die sich jeweils in der Kolonne befindet. Wechselt man von einer Fraktion zur anderen, so befindet sich beispielsweise in der gesamten Kolonne noch die Fraktion A. Da aber keine Fraktion A mehr im Kolben ist, steigt Fraktion B nach und die Trennschärfe der Kolonne wird infolge Verkürzung der Kolonne kleiner. Man bekommt unreine Zwischenfraktionen, die umso größer sind, je größer der Kolonneninhalt ist. Wir haben den "hold up" in den Kolonnen gemessen, und zwar haben wir das auf folgende Weise bewerkstelligt. In den Kolben wurde eine bestimmte Menge eines Gemisches von Hexan - Dekan eingeführt, beispielsweise 1 Liter, das aus 800 ccm Dekan und 200 ccm Hexan bestand. Die Flüssigkeit wurde zum Sieden erhitzt. Da Dekan bei der Destillationstemperatur des Hexans nur einen vernachlässigbar kleinen Dampfdruck hat, entweicht nur das Hexan. Die Abnahmeleitung war geschlossen und die Kolonne wurde bei 5 mm Siededruckdifferenz ins Gleichgewicht gebracht. Dann wurde durch einen im Kolben angebrachten Heber eine kleine Menge der Kolbenflüssigkeit entnommen. Aus der Analyse der Kolbenflüssigkeit konnte die Menge abde-

stilliertes Hexan berechnet werden. Da eine eigentliche Abnahme nicht erfolgt war, so mußte es sich um die Menge Hexan handeln, die in der Kolonne war. Bei der Laboratoriumskolonne beträgt diese Menge unter Verwendung der 30 cm Kolonne und 2 l - Kolbenfüllung ca. 7 % des Füllvolumens. Bei der technischen Kolonne mit 20 l - Blase und 40 mm Kolonne beträgt die Menge nur 1,7 % des Füllvolumens oder bei Erhöhung der Kolonne auf 2 m = 3,4 %. Bedenkt man, daß bei der 2 m hohen Kolonne 35 praktische Böden zur Verfügung stehen, und daß man 5 bis 6 Liter Destillatleistung pro Stunde optimal auf die Kolonne gibt, so kann man bei einem Rücklaufverhältnis von 1:100 ca. 60 ccm Destillat pro Stunde abnehmen oder am Tage ca. 1,5 l Reindestillat erzielen, wobei die Schnittschärfe etwa so groß ist wie bei einer technischen Kolonne mit 45 Böden und einem in der Technik schon hohen Rücklaufverhältnis von etwa 1:6. Dabei ist aber der Kolonneninhalt noch so klein, daß Komponenten, die in einer Menge von etwa 5 % vorkommen, rein weitgehend schon bei der ersten Destillation gewonnen werden können, daß zumindest ihre sichere Identifizierung in den meisten Fällen gesichert ist. Infolge der vollkommenen Automatisierung erfordern die Kolonnen kaum Bedienung. Es ist beispielsweise möglich, 5 Kolonnen mit einer einzigen Hilfskraft zu fahren, die kurzzeitig für diese Arbeiten geschult wurde. In den anderen Fällen laufen Kolonnen nebenher in Versuchsabteilungen, ohne daß überhaupt ein eigentliches Personal für diese Arbeiten abgestellt werden braucht.

Automatische Feinschnittkolonne  
- für -  
Benzindestillationen



Gesamtdestillatmenge  
bei verschiedenen Druckverlusten  
(1m-Kolonne, 30 °)

l Destillat

H.L. Ruhrchemie 42/4/14/2

4

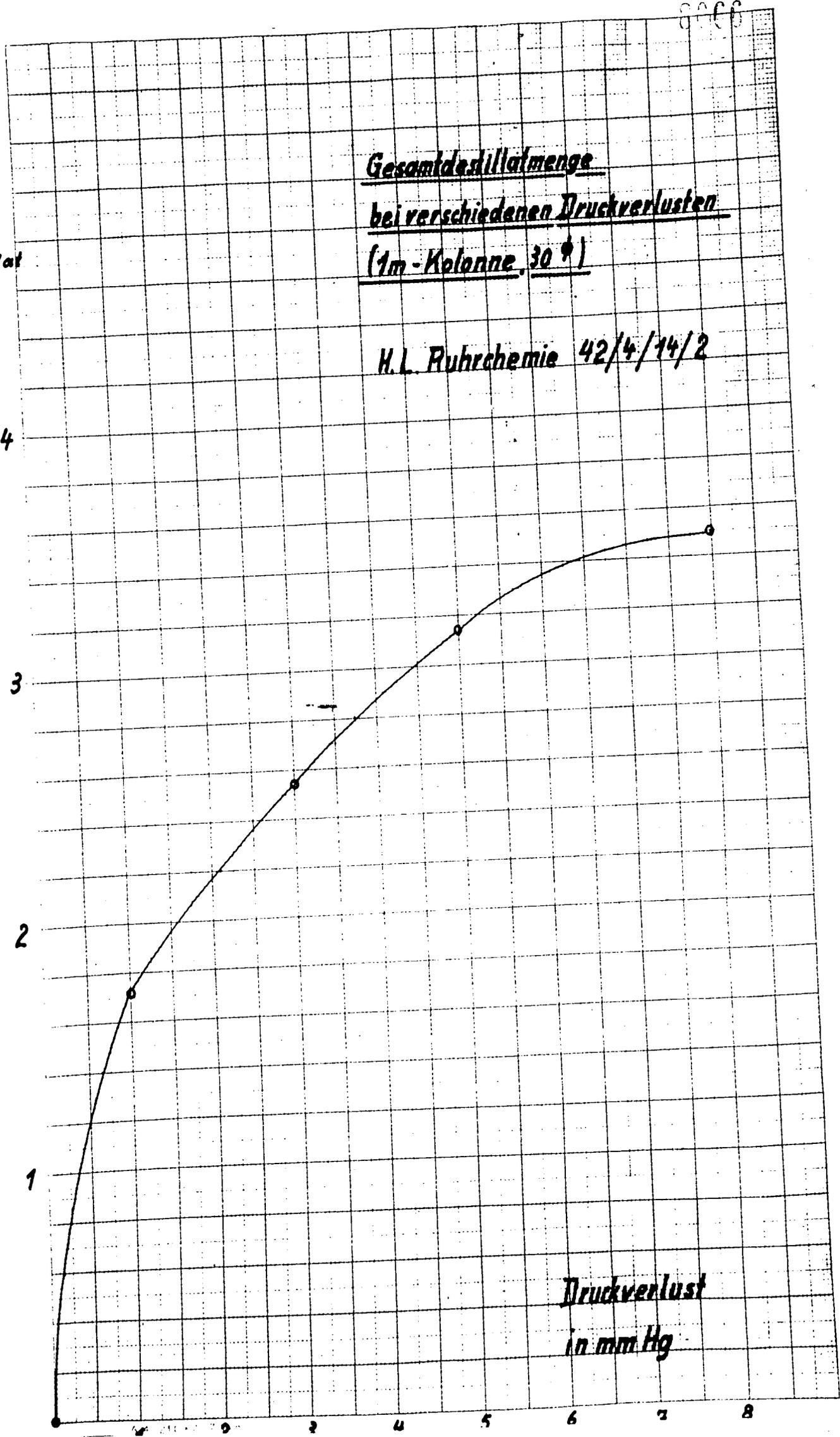
3

2

1

Druckverlust  
in mm Hg

0 1 2 3 4 5 6 7 8



Druckverlust je m Kalenne  
in mm WS

Druckverluste von Füllkörperkalennen  
in Abhängigkeit von der  
Dampfgeschwindigkeit

H. L. Rubrchemie 42/4/14/3

Die gestrichelten Kurven sind aus  
E. Kirchbaum, VDI-Beihett 1911 Nr. 3

Die ausgezogene Kurve entspricht  
Messpunkten mit 2 mm Pyrringeln

130

120

110

100

90

80

70

60

50

40

30

20

10

40 50 60 70 80 90 100 110 120 130 140 150 160

8-8 mm  
Raschigringe

25-25 mm  
Raschigringe

135-35 mm  
Raschigringe

Dampfgeschwindigkeit in m/sec



AA 210 217 0 m

H. L. Ruhrchemie 92/4/14/4

Mol % Heptan  
im Dampf

100

90

80

70

60

50

40

30

20

10

0

10

20

30

40

50

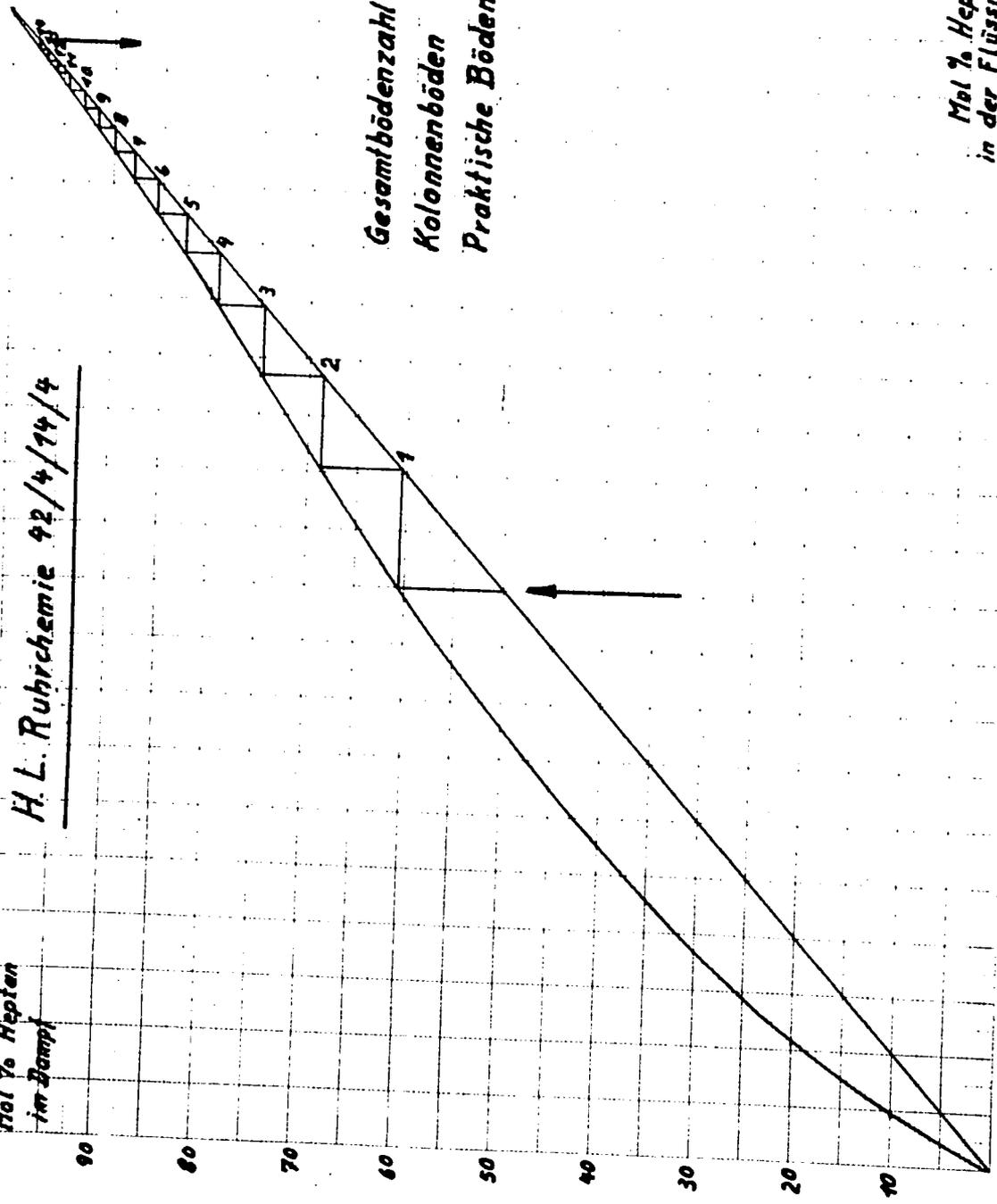
60

70

80

90

100



Gesamtbödenzahl = 14

Kolonnenböden = 13

Praktische Böden = ~20

Mol % Heptan  
in der Flüssigkeit

H. L. Ruhrchemie

42/4/14/4a

Vol %  
100

90

80

70

60

50

40

30

20

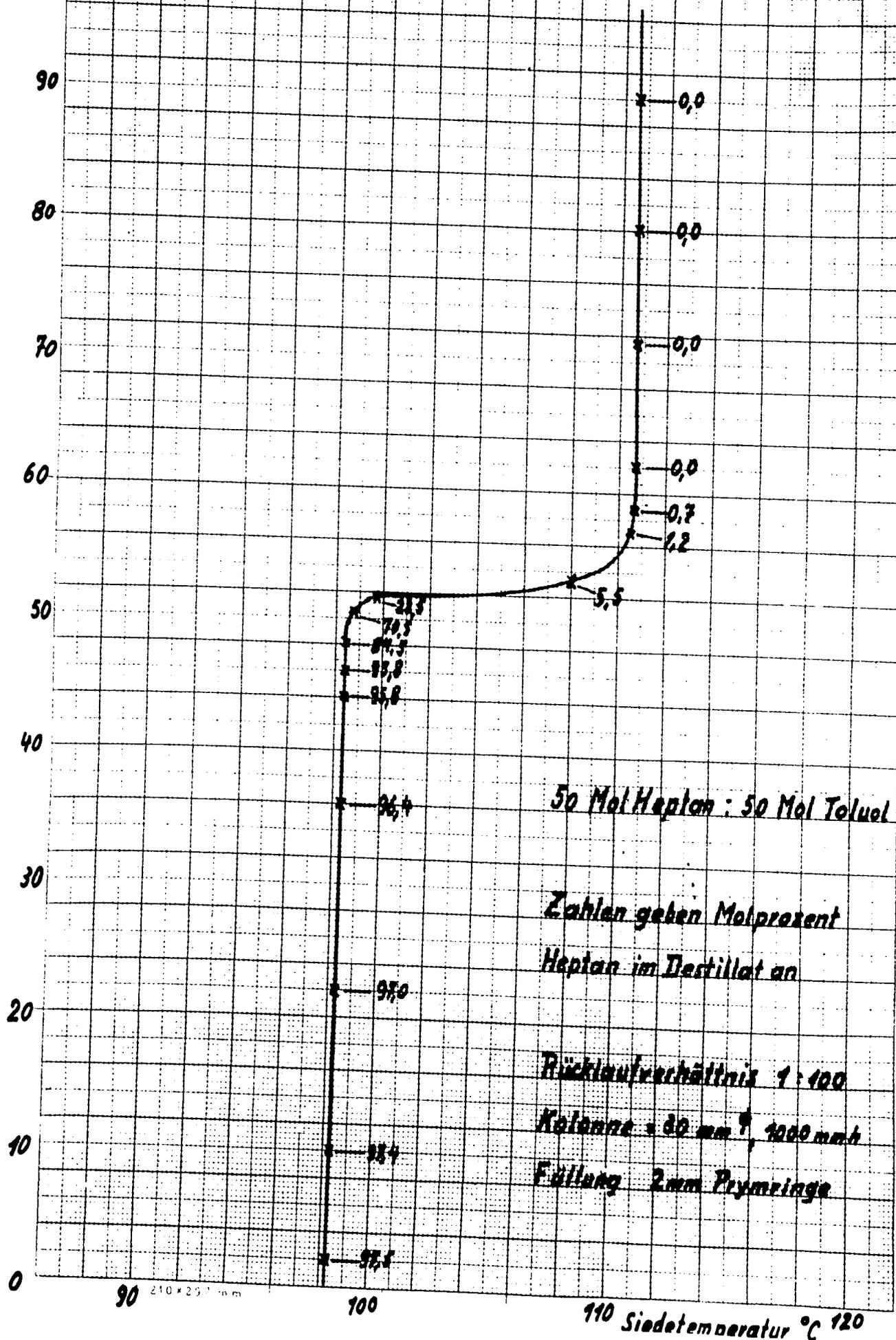
10

0

90 210 x 25 mm

100

110 Siedetemperatur °C 120



50 Mol Heptan : 50 Mol Toluol

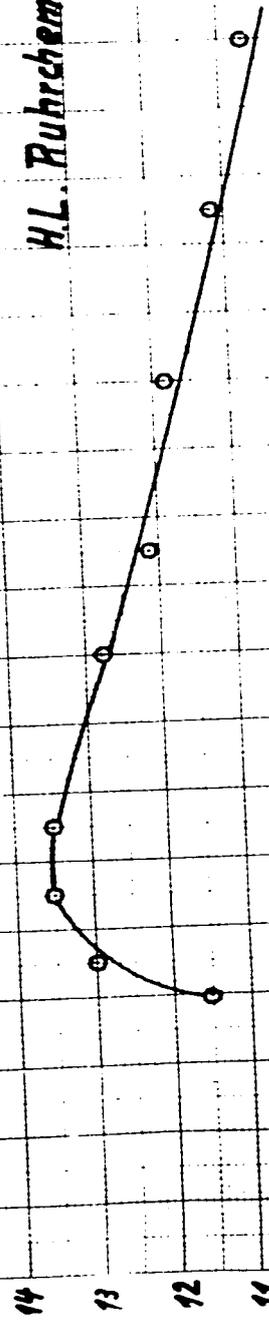
Zahlen geben Molprozent  
Heptan im Destillat an

Rücklaufverhältnis 1:100  
Kolonne 80 mm  $\varnothing$ , 1000 mm h  
Füllung 2mm Pyrringe

Anzahl der theoretischen Böden in Abhängigkeit vom Druckverlust der Füllkörperkolonne bei vollständigem Rücklauf

H.L. Ruhrchemie 42/4/14/5

Anzahl der theoretischen Böden



0 2 4 6 8 10 12 14 16 18 20 22 24 26 28 30 Druckverlust in mm Hg