

# Die Kolonnen zur Laboratoriumsdestillation

## Eine Übersicht über den Entwicklungsstand der Kolonnen zur Destillation im Laboratorium

8. Mitteilung über Laboratoriumsdestillation

Von F. STAGE, Helmstedt

(Fortsetzung aus Heft 7, S. 183)

Während im ersten Teil dieser Arbeit die konstruktiven Belange der Laboratoriumskolonnen behandelt wurden, befaßt sich der nachfolgende zweite Teil mit den verfahrenstechnischen Erfordernissen und Möglichkeiten, insbesondere dem Destillationsdruck und der Destillationstemperatur; im folgenden letzten Teil werden Destillationsvolumen und -verfahren besprochen.

### Die verfahrenstechnischen Eigenschaften der Kolonnen zur Laboratoriumsdestillation

Bisher wurden unter rein apparatetechnischen Gesichtspunkten die verschiedenen Kolonnentypen besprochen. Ihr praktischer Einsatz hat nach verfahrenstechnischen Grundsätzen zu geschehen; damit ergibt sich von selbst die Frage, wie man für eine gegebene Aufgabe die Auswahl der Trennsäule und der gesamten Apparatur vornehmen soll.

Die Beurteilung einer Kolonne wird dadurch erleichtert, daß man für die verschiedenen Verwendungszwecke gewisse Leit-zahlen<sup>161)</sup> festlegt, die eigentlich die Kenntnis der für die Wirk-samkeit maßgebenden Faktoren voraussetzen. Der Begriff der Wirksamkeit ist unter anderem Gegenstand einer späteren Arbeit; wir müssen ihn hier voraussetzen. Außer nach der Wirksamkeit hat man die richtige Kolonne nach vier Gesichtspunkten auszu-wählen; zu berücksichtigen sind letzten Endes:

1. der Destillationsdruck: Das Arbeiten im Vakuum erfordert andere Maßnahmen als die Normaldruck- oder Überdruck-destillation.
2. die Destillationstemperatur: Für die Stofftrennung bei tiefen Temperaturen benötigt man andere Destillationsapparaturen als für normale oder gar hohe Temperatur.
3. das Destillationsvolumen: Die besonderen Aufgaben, die sich bei einer präparativen oder analytischen Trennung, ferner für die Makro- oder Mikrodestillation sowie schließlich auch für die kontinuierliche oder diskontinuierliche Arbeitsweise ergeben, enden in der Frage nach dem zur Verfügung stehenden Destillationsvolumen.
4. das Destillationsverfahren: Die Destillationen können ohne oder mit Trägerdampf sowie ohne oder mit einer bzw. mehreren Komponenten, durch die das Phasengleichgewicht entscheidend verändert wird, durchgeführt werden.

#### Der Destillationsdruck

Der Druckbereich einer Kolonne richtet sich außer nach der Druckfestigkeit des Baumaterials nach dem Druckverlust, den der aufsteigende Dampf in der Kolonne erfährt. Die untere Grenze des Druckbereichs ist dadurch festgelegt, daß der Druckverlust immer nur einen geringen Bruchteil des Destillationsdruckes, mög-lichst weniger als 5% ausmachen darf. Nach der Größe des Destil-lationsdruckes unterscheidet man zwischen der Unterdruck-, der Normaldruck- und der Überdruckdestillation. Auf die Kolonnen zur Normaldruckdestillation und die an sie zu stellenden Anfor-derungen ist schon im ersten Teil der Arbeit ausführlich eingegangen, so daß hier nur noch die Unter- und die Überdruckkolonnen zu behandeln sind.

Unterdruckdestillation. Während die Frage des Druck-verlustes bei Normal- und Überdruck kaum Schwierigkeiten bereitet, wird sie bei der Vakuumdestillation zu einem entscheidenden Problem. In bezug auf den Druckverlust ist eine kurze und un-gefüllte Kolonne einer langen und gefüllten überlegen, während die Verhältnisse im Hinblick auf die Wirksamkeit im allgemeinen umgekehrt liegen. Die Praxis läuft darauf hinaus, daß man eine Beziehung finden muß, die dem gegenläufigen Verhalten von Druckverlust und Wirksamkeit Rechnung trägt. Wir schlagen hierfür den Quotienten aus der Bodenvergleichszahl ( $\text{cm}^{-1}$ ) und dem Druckverlust je theoretischen Boden in cm Wassersäule vor

<sup>161)</sup> Siehe Anm. 27, S. 25/26.

und bezeichnen ihn als *Vakuumm Kennzahl*<sup>162)</sup>. Im allgemeinen wird eine Vakuumm Kennzahl größer als 3 den Destillationsaufgaben bei Wasserstrahlvakuum genügen. In Tabelle 2 sind für eine Anzahl gebräuchlicher und wirksamer Kolonnen die Vakuumm Kenn-zahlen zusammengestellt. Aus dieser Zusammenstellung ersieht man, daß sich Bodenkolonnen schlecht zur Vakuumdestillation eignen. Da mit steigendem Vakuum die zur Trennung verwendeten Kolonnen höhere Vakuumm Kennzahlen aufweisen müssen, kommen zur Hochvakuumdestillation nur solche Kolonnen in Betracht, bei denen die Trennsäule ungefüllt ist oder das Füllmaterial bzw. die Einbauten nur einen geringen Strömungswiderstand bieten, z. B. die Kolonnen nach *Stedman*<sup>163)</sup>, Bild 16, sowie *Lecky* und *Ewell*<sup>164)</sup>, Bild 15. Sollen die Destillationen bei einem Druck von 10–30 mm Hg ausgeführt werden, so kommen auch rotierende Kolonnen und Kolonnen mit großen Füllkörpern in Betracht. Nach den Unter-suchungen des Institutes für Chemische Technologie der T. H. Braunschweig in den Jahren 1942/43 über die Abhängigkeit des Druckverlustes von der Belastung und der Füllkörpergröße<sup>165)</sup> eignen sich für diesen Druckbereich auch die bei Normaldruck besonders günstigen Spiralen aus Stahldraht von 2 und 3 mm Länge und Durchmesser.

*Jantzen* und *Tiedcke*<sup>166)</sup> benutzen zur Trennung der Säuren des Erdnußöls eine Füllkörperkolonne von 38 mm Durchmesser bei einem Destillationsdruck von 0,03 mm Hg, gemessen in der Vorlage, mit 10 mm Raschigringen aus Aluminium. *Bush* und *Schwartz*<sup>167)</sup> schlagen zur Trennung der Fettsäuremethylester eine Kolonne von 12 mm Durchmesser vor, die mit Kettengliedern gefüllt wird<sup>168)</sup>. In einer Arbeit über die Zusammensetzung des schweren Teeröls beschreibt *Sarsfield*<sup>169)</sup> eine Vakuumkolonne von 120 cm Länge für Füllkörper, deren Wirksamkeit er mit 7 theoretischen Böden angibt, Bild 40. Im Institut der Technischen

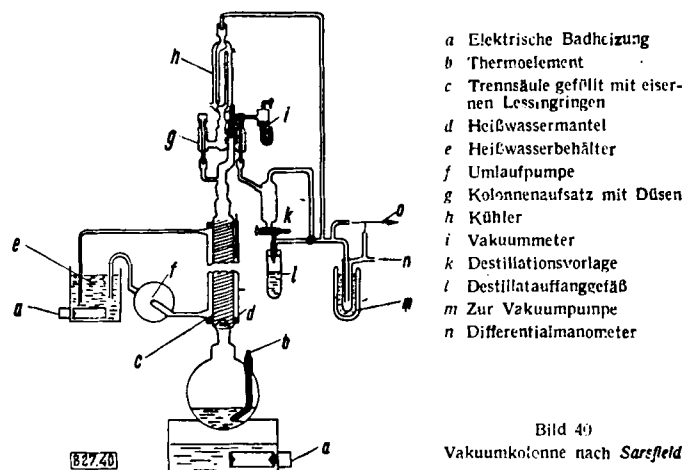


Bild 40  
Vakuumkolonne nach *Sarsfield*

Hochschule Braunschweig wurde zur Trennung eines Phenosolvan-Extraktes in seine Bestandteile eine Füllkörperkolonne von 23 mm Durchmesser benutzt. Wir haben die Kolonne in Anlehnung an die uns bekannten obigen Arbeiten über ähnliche Trennaufgaben mit 6,5-mm-Raschigringen aus Glas gefüllt. Nach bisher unver-öffentlichten eigenen Erfahrungen nimmt man aber auch hier besser kleinere Füllkörper. Aus Bild 41 geht der Gesamtaufbau der Apparatur hervor. Man ersieht hieraus, daß die Vakuum-

<sup>162)</sup> Siehe Anm. 27, S. 25.

<sup>163)</sup> Siehe Anm. 104/107.

<sup>164)</sup> Siehe Anm. 106/107.

<sup>165)</sup> Siehe Anm. 77.

<sup>166)</sup> E. Jantzen u. C. Tiedcke, J. prakt. Chem. (2) 127, 277/91 [1930].

<sup>167)</sup> M. T. Bush u. A. M. Schwartz, Ind. Engng. Chem., analyt. Edit. 4, 142/43 [1932].

<sup>168)</sup> Siehe Anm. 90/92.

<sup>169)</sup> N. F. Sarsfield, J. Soc. chem. Ind. Gr. 1, 1/6 [1942].

Tabelle 2

Spalte Nr.:	Bezeichnungen:
1	Kolonnenart bzw. Füllungsart
2	Theoretische Bodenzahl
3	Rücklaufmenge cm <sup>3</sup> /h
3a	Rücklaufmenge in cm <sup>3</sup> /h, bezogen auf 1 cm <sup>2</sup> des Querschnitts
4	Druckverlust in cm Wassersäule

1 2 3 3a 4 5 6 7 8 9

M. R. Fenske, S. Lawroski, C. O. Tongberg: Ind. Engng. Chem., ind. Edit. 30, 297/300 [1938]

Füllkörperkolonne von 51 mm Dmr. und 259 cm Länge.

1. Kohlenstoff-Raschigringe, 12,7 x 12,7 mm	14,5 13,5 12,5	13400 8700 2900	655 425 142	14,9 8,2 1,4		18 19 21	0,056 0,053 0,048	0,97 1,65 9,2	
2. Kohlenstoff-Raschigringe, 6,4 x 6,4 mm	21,5 19 20 20,5	4900 4100 3200 1700	240 201 157 83	36,7 20,4 10,2 5,4		11 13 13 12	0,091 0,077 0,077 0,083	0,59 0,93 1,96 3,78	
3. Spiralfüllkörper mit 1 Windung von 4,8 mm Dmr. aus Aluminium. Füllkörper vor Beginn trocken	18,5 16,5 20,0 18,5 23,0 20,5 27,0	11000 9600 8000 5000 4100 2700 1100	5379 470 391 245 201 132 53,8	8,2 6,8 5,4 2,7 2,7 1,4 1,4		14 15,5 13,0 14,0 11,2 12,7 9,7	0,072 0,065 0,077 0,072 0,089 0,079 0,103	2,27 2,43 3,67 6,80 8,45 15,10 19,80	
4. Spiralfüllkörper mit 1 Windung von 4,8 mm Dmr. aus Aluminium. Kolonne für 3 Stunden abgestellt	23,5 26,5 27,5 19,0	20200 19300 17000 12200	988 944 831 597	35,4 29,9 24,5 10,9		10,9 9,7 9,4 13,7	0,092 0,103 0,106 0,073	0,66 0,89 1,12 1,74	
5. Spiralfüllkörper mit 1 Windung von 4 mm Dmr. aus Nickel	28,5 32,5 32,5	17800 15800 10000	870 773 498	32,6 29,9 13,6		9,1 7,9 7,9	0,110 0,127 0,127	0,87 1,09 2,39	
6. Spiralfüllkörper mit 1 Windung von 2,4 mm Dmr. aus nicht rostendem Stahl	46 44 51 53 68	11000 7400 4700 4700 2000	5379 362 230 230 98	51,7 31,3 17,7 16,3 5,4		5,6 5,8 5,1 4,8 3,8	0,179 0,173 0,196 0,209 0,263	0,89 1,41 2,88 3,25 12,50	

C. O. Tongberg, S. Lawroski, M. R. Fenske: Ind. Engng. Chem., ind. Edit. 29, 957/58 [1937].

Füllkörperkolonne von 20 mm Dmr. und 282 cm Länge.

Spiralfüllkörper mit 1 Windung von 2,4 mm Dmr., vorher geflutet	102 101 103 113	1260 1080 900 860	401 344 286 274	38,0 38,0 24,5 24,5		2,8 2,8 2,7 2,5	0,357 0,357 0,370 0,400	2,66 2,66 4,21 4,21	
-----------------------------------------------------------------	--------------------------	----------------------------	--------------------------	------------------------------	--	--------------------------	----------------------------------	------------------------------	--

Gg. R. Schultze, G. Ackermann und H. Stage: Nach bisher unveröffentlichten Untersuchungen. (Rücklaufmenge wurde am Kopf der Kolonne gemessen. Die am Fuß der Kolonne gemessene Menge ist stündlich um etwa 200 cm<sup>3</sup> größer.)

Füllkörperkolonne von 24 mm Dmr. und 60 cm Länge

1. Normalkolonne	18 22 26 31 35 39 44 48	800 700 600 500 400 300 200 100	177 155 133 111 88 66 44 22	37,7 31,6 25,6 19,2 13,9 6,6 4,7 3,2		3,32 2,71 2,04 1,95 1,71 1,33 1,40 1,25	0,300 0,307 0,498 0,512 0,583 0,666 0,712 0,800	0,48 0,70 1,12 1,58 2,63 6,00 9,20 12,50	
2. 2-mm-V <sub>2</sub> A-Spiralen	12 15 18 21 24 27 30 33	800 700 600 500 400 300 200 100	177 155 133 111 88 66 44 22	15,4 13,2 10,0 6,8 4,8 4,5 4,1 3,8		5,09 4,60 3,32 2,86 2,50 2,21 2,00 1,82	0,200 0,250 0,300 0,350 0,400 0,450 0,500 0,550	0,72 1,08 1,80 3,10 5,00 6,00 7,27 8,19	
3. Glasspiralen von 3 mm Dmr., 1—5 mm lang	4,5 5,0 5,3 5,6 6,2 6,6 7,0 7,5	800 700 600 500 400 300 200 100	177 155 133 111 88 66 44 22	28,2 20,7 13,0 6,2 5,7 5,1 4,5 3,9		13,35 12,00 11,32 10,44 9,68 9,09 8,45 8,00	0,075 0,082 0,088 0,096 0,103 0,110 0,118 0,125	0,15 0,20 0,42 0,90 1,05 1,28 1,55 1,89	
4. Glas-Raschigringe 4,5 mm Dmr.	6,3 7,0 7,4 8,0 8,5 9,0 9,7 10,3	800 700 600 500 400 300 200 100	177 155 133 111 88 66 44 22	15,2 12,1 9,0 5,9 4,7 3,9 3,1 2,2		9,52 8,56 8,22 7,60 6,98 6,67 6,06 5,82	0,105 0,116 0,122 0,132 0,143 0,150 0,165 0,171	0,40 0,56 0,81 1,25 1,82 2,31 3,11 4,75	
5. Glaskugeln von 3 mm Dmr. mit glatter Oberfläche	9,6 9,6 9,7 9,7 9,8 9,8 9,9 9,9	300 700 600 500 400 300 200 100	177 155 133 111 88 66 44 22	27,0 22,9 18,7 14,6 10,6 6,5 4,2 2,8		8,06 6,06 6,04 6,04 6,02 6,02 6,00 6,00	0,165 0,165 0,165 0,165 0,166 0,166 0,166 0,166	0,36 0,42 0,52 0,67 0,92 1,51 2,36 3,42	
6. Glaskugeln von 7,5 mm Dmr., mattiert	7,7 9,3 10,8 12,3 13,7 15,0 16,4 18,0	800 700 600 500 400 300 200 100	177 155 133 111 88 66 44 22	11,1 9,0 7,0 4,9 4,2 3,7 3,2 2,8		7,50 6,24 5,66 4,87 4,31 3,39 3,68 3,31	0,133 0,160 0,177 0,202 0,232 0,250 0,272 0,300	0,69 1,03 1,54 2,52 3,26 4,07 5,13 6,43	

Spalte Nr.:	Bezeichnungen:
5	Kolonneninhalt in cm <sup>3</sup>
6	Bodenwert in cm
7	Bodenvergleichszahl, Bodenzahl je cm
8	Vakuumkennzahl: theoretische Bodenzahl durch Druckverlust
9	Theoretischer Bodenzahl = Kolonneninhalt/theoretische Bodenzahl

1 2 3 3a 4 5 6 7 8 9

M. L. Selker, R. E. Burk und H. P. Lankelma: Ind. Engng. Chem., analyt. Edit. 12, 352/55 [1940].

Füllkörperkolonne von 14 mm Dmr. und 142,5 cm Länge.

Füllung aus konzentrischen Rohren	69 38 85	250 20 92	162 48 60	4,8 3,5 3,0	8,5 7,3 4,1	2,1 1,5 1,7	0,485 0,680 0,582	14,5 27,7 28,4	0,123 0,075 0,048
-----------------------------------	----------------	-----------------	-----------------	-------------------	-------------------	-------------------	-------------------------	----------------------	-------------------------

A. I. Bailey: Ind. Engng. Chem. analyt. Edit. 13, 487/91 [1941].

Füllkörperkolonne von 8 mm Dmr. und 315 cm Länge.

Glasspiralen mit 1 Windung von 3 mm Dmr.	32 38 45 52 62 67	24 20 16 12 8 6	48 40 32 24 16 12	13,6 11,0 8,4 6,3 4,5 3,5	9,8 8,3 7,0 6,1 5,2 4,7	0,102 0,120 0,143 0,164 0,192 0,212		0,425 2,290 0,187 0,102 0,072 0,052	
------------------------------------------	----------------------------------	--------------------------------	----------------------------------	------------------------------------------	----------------------------------------	----------------------------------------------------	--	----------------------------------------------------	--

L. B. Bragg: Trans. Amer. Inst. chem. Engr. 37, 19/50 [1941].

Füllkörperkolonne mit *Stedman*-Drahtnetzfüllung von 52,83 mm Dmr. und 91,5 cm Länge.

1. Triangular-Pyramiden, <i>Stedman</i> -Füllung Nr. 128	13,9 38,3 39,0 36,7 25,1 21,0 22,4 16,6	1514,2 1892,7 2271,24 2839,1 7570,8 11365,2 15142,0 18927,0	69 86 104 130 345 518 691 863	5,08 6,35 7,62 12,70 127,0 292,0 508,0 890,0	308 181 308 189 909 1400 1513 4020	6,58 2,49 2,35 2,49 3,65 4,36 4,08 5,5	0,152 0,418 0,426 0,401 0,274 0,220 0,245 0,181	2,73 6,03 5,12 2,89 0,198 0,073 0,044 0,019	22,2 4,4 7,9 5,81 36,3 47,6 67,4 213,0
----------------------------------------------------------	--------------------------------------------------------------	----------------------------------------------------------------------------------	----------------------------------------------------	-------------------------------------------------------------------	---------------------------------------------------------	-------------------------------------------------------------	----------------------------------------------------------------------	------------------------------------------------------------------	-------------------------------------------------------------

Füllungs-Dmr. 9,53 mm, Füllungsänge 61,0 cm.

2. Konische <i>Stedman</i> -Füllung Nr. 105	20,0 32,6 53,6 56,4 44,8 37,7 41,7 26,0	90,9 98,5 129 151 189 231 261 276	127 138 181 212 265 324 366 387	1,27 1,27 30,5 51,2 162,0 178,0 187,0 661		3,05 1,87 1,14 1,08 1,36 1,62 1,46 2,35	0,328 0,534 0,878 0,925 0,735 0,618 0,683 0,426	15,8 25,7 1,76 1,10 0,44 0,21 0,22 0,039	0,141 0,141 0,148 0,193 0,320 0,193
---------------------------------------------	--------------------------------------------------------------	--------------------------------------------------------	------------------------------------------------------	----------------------------------------------------------------	--	--------------------------------------------------------------	----------------------------------------------------------------------	---------------------------------------------------------------	----------------------------------------------------

Füllungs-Dmr. 19 mm, Füllungsänge 61 cm.

3. Konische <i>Stedman</i> -Füllung Nr. 104	43,2 48,0 50,3 48,3 36,7 30,6 27,8 29,6	98,7 125 151 201 402 598 637 675	35 44 53 71 142 211 225 238	2,3 5,08 6,35 16,5 20,82 24,62 229 572	8,71 10,60 10,60 17,05 20,82 24,62	1,41 1,27 1,21 1,26 1,66 1,99 2,19 2,96	0,708 0,785 0,825 0,790 0,601 0,501 0,456 0,337	18,8 9,46 7,91 2,93 0,32 0,16 0,12 0,096	0,202 0,221 0,211 0,352 0,568 0,805
---------------------------------------------	--------------------------------------------------------------	-------------------------------------------------------	--------------------------------------------------	-------------------------------------------------------------	---------------------------------------------------	--------------------------------------------------------------	----------------------------------------------------------------------	---------------------------------------------------------------	----------------------------------------------------

Dmr. 25 mm, Füllungsänge 61 cm.

4. Konische <i>Stedman</i> -Füllung Nr. 112	38,7 48,4 38,7 34,8 29,5 24,2 26,1 27,7 20,0	129 151 280 402 701 1073 1200 1248 1300	26 31 57 82 143 219 245 255 265	2,3 2,54 11,9 22,4 80,5 22,9 277,0 414,0 483,0	7,33 9,08 17,05 22,4 26,9 36,0 39,0 78,0 148,0	1,56 1,28 1,58 1,75 2,12 2,52 2,34 2,20 3,05	0,634 0,793 0,634 0,570 0,483 0,397 0,428 0,455 0,328	16,8 19,1 3,39 1,52 0,34 1,49 0,094 0,097 0,041	0,190 0,167 0,441 0,645 0,910 1,49 1,50 2,82 7,22
---------------------------------------------	----------------------------------------------------------------------	-----------------------------------------------------------------	---------------------------------------------------------	------------------------------------------------------------------------	------------------------------------------------------------------------	----------------------------------------------------------------------	-------------------------------------------------------------------------------	-------------------------------------------------------------------------	---------------------------------------------------------------------------

S. H. Lecky, R. H. Ewelt: Ind. Engng. Chem., analyt. Edit. 12, 544/47 [1940].

Füllkörperkolonne mit Siebspiralen-Füllung.

Äußerer Dmr. 18,75 mm, innerer Dmr. 6,25 mm, Länge der Füllung 43,2 cm.

1. Siebspirale mit glattem umgebenem Rand; 95 Windungen	14,4 16,2 17,2 17,6 17,7 17,7 18,0 21,7	700 600 500 400 300 200 100 20	286 245 204 163 122 82 41 8	12,9 11,0 9,0 7,4 6,2 5,3 4,7 5,0	3,01 2,68 2,57 2,47 2,46 2,46 2,42 2,00	0,332 0,373 0,395 0,405 0,407 0,407 0,413 0,506		0,90 0,68 0,52 0,42 0,35 0,30 0,26 0,23	
---------------------------------------------------------	--------------------------------------------------------------	-----------------------------------------------------	--------------------------------------------------	--------------------------------------------------------	--------------------------------------------------------------	----------------------------------------------------------------------	--	--------------------------------------------------------------	--

Äußerer und innerer Dmr. wie vorher, Länge der Füllung 20 cm.

2. Siebspirale nicht mit glattem Rand; 47 Windungen	13,3 20,7 21,4 20,7 18,5 17,1 16,7 15,1	500 400 350 300 200 100 75 30	204 163 143 122 82 41 31 12		5,4	1,50 0,97 0,94 0,97 1,08 1,17 1,20 1,37	0,667 1,030 1,055 1,030 0,925 0,855 0,833 0,757		0,25
-----------------------------------------------------	--------------------------------------------------------------	----------------------------------------------------	--------------------------------------------------	--	-----	--------------------------------------------------------------	----------------------------------------------------------------------	--	------

Äußerer Dmr. 12,5 mm, innerer Dmr. 3,1 mm, Länge der Füllung 13,2 cm.

3. Siebspirale mit glattem umgebenem Rand; 95 Windungen	23,2 25,3 24,8 25,0 25,1 25,1 25,1	400 350 300 250 200 100 20	347 304 260 217 174 87 17	11,9 7,8 6,9 5,3 4,8 4,0 3,8	1,85 1,78 1,74 1,73 1,72 1,72 1,72	0,540 0,562 0,575 0,580 0,582 0,582 0,582		0,51 0,32 0,28 0,21 0,19 0,16 0,15	
---------------------------------------------------------	------------------------------------------------------	----------------------------------------------	---------------------------------------------	------------------------------------------------	------------------------------------------------------	-------------------------------------------------------------	--	------------------------------------------------------	--

Tabelle 2 (Forts.)

	1	2	3	3a	4	5	6	7	8	9
W. J. Podbielniak: Ind. Engng. Chem., analyt. Edit. 13, 639/45 [1941]. Füllkörperkolonne mit Heli-Grid-Füllung von 11 mm Dmr. und 35 mm Länge.										
Drahtstärke	23,0	360	379		7,16	1,52	0,658			
0,25 mm	26,5	300	316		7,16	1,32	0,759		0,27	
	29,5	250	263		6,20	1,19	0,840		0,21	
	38,2	200	211		5,72	0,92	1,090		0,15	
	47,7	150	158		4,29	0,74	1,360		0,09	
	70,0	100	105		2,80	0,50	2,000		0,04	

J. H. Braun, Ind. Engng. Chem., analyt. Edit. 8, 224/26 [1936].

Sprudelbodenkolonne mit 5 Böden von 25 cm Dmr. und 10 cm Länge.  
Es fehlen die Angaben, für welche Rücklaufgeschwindigkeit der Kolonneninhalt ermittelt wurde.

1. Bodenabstand	3,8	150	31		2,6	0,385		0,92		
2 cm	4,3	306	62		2,3	0,435		0,82		
	4,7	600	122		2,1	0,477		0,75		
	4,9	1200	245		2,0	0,500		0,72		
2. Bodenabstand	5,0	216	44		4,0	0,250		1,40		
4 cm	4,8	450	92		4,2	0,238		1,46		
	4,5	702	143		4,4	0,228		1,55		
	4,3	1240	253		4,7	0,213		1,63		
	3,9	1270	259		5,1	0,196		1,80		
3. Bodenabstand	4,6	438	89		8,7	0,115		4,78		
8 cm	5,0	1320	269		8,0	0,125		4,40		
	5,0	1760	359		8,0	0,125		4,40		

C. F. Oldershaw, Ind. Engng. Chem., analyt. Edit. 13, 265/68 [1941].

Siebbodenkolonne von 25 mm Dmr. und 92,5 cm Länge mit 37 praktischen Böden.

1. 42 Löcher zu	30,0	2460	502		67	3,07	0,326		2,23	
0,85 mm je	31,8	1680	343		58	2,90	0,345		1,83	
Boden	32,2	1320	269		53	2,87	0,349		1,65	
	32,9	840	171		26	2,79	0,359		0,79	
	35,1	540	110		20	2,64	0,379		0,57	

Siebbodenkolonne von 32 mm Dmr. und 45 cm Länge mit 15 praktischen Böden.

2. 81 Löcher zu	10,0	4500	658		45	4,46	0,224		4,50	
0,85 mm je	10,3	4230	525		44	4,34	0,231		4,37	
Boden	11,7	3120	387		40	3,84	0,261		3,42	
	13,0	2208	274		39	3,45	0,290		3,09	
	15,3	1098	136		17	2,95	0,340		1,11	
	15,5	1020	127		14	2,90	0,345		0,90	

B. J. Mair, Ch. B. Willingham: J. Res. nat. Bur. Standards 22, 519/27 [1939].

Kolonne mit rotierenden Elementen von 50,8 mm Dmr. und 56 cm Länge.

1. Rotations- geschwindigkeit	45,4	336	17	12,5		1,23	0,674	3,63		
250 U/min	48,1	222	11	11,4		1,16	0,860	4,20		
	59,3	204	10	11,4		0,94	1,059	5,18		
	52,7	60	3	8,3		1,06	0,943	6,37		
2. Rotations- geschwindigkeit	19,6	510	25	21,9	85	1,13	0,887	2,26	1,71	
500 U/min	41,5	410	21	20,8	84	1,35	0,742	1,99	2,22	
	54,7	402	20	19,9	83	1,02	0,978	2,75	1,52	
	59,7	312	15	16,7	81	0,937	1,066	3,56	1,35	
	60,2	288	14	15,6	80	0,930	1,074	3,84	1,33	
	60,0	288	14	15,6	80	0,932	1,072	3,82	1,34	
	51,2	168	8	14,6	76	1,09	0,915	3,52	1,48	
3. Rotations- geschwindigkeit	49,5	564	28	32,0	86	1,13	0,885	2,16	1,74	
1700 U/min	53,7	420	21	20,8	84	1,04	0,958	2,58	1,56	
	49,8	378	19	17,7	82	1,12	0,890	2,80	1,65	
	55,8	348	17	15,6	81	1,00	0,997	3,57	1,45	
	58,7	282	14	17,7	78	0,955	1,048	3,31	1,33	
	64,7	108	5	15,6	69	0,865	1,156	4,13	1,07	
	50,0	48	2	13,6	65	1,12	0,893	3,69	1,30	

S. D. Lesesne, H. L. Loch: Ind. Engng. Chem., analyt. Edit. 10, 450 [1938].

Kolonne mit rotierendem Band von 6 mm Dmr. und 37,5 cm Länge.

1. Rotations- geschwindigkeit	9,5	4	14		3,94	0,254				
1000 U/min	15,0	2	7		2,50	0,400			0,0134	
					Wert nach H. Koch, F. Hilberath u. F. Weinrotter: Chem. Fabrik 14, 387/90 [1941].					
2. 0 U/min	4	2	7		9,35	0,107				

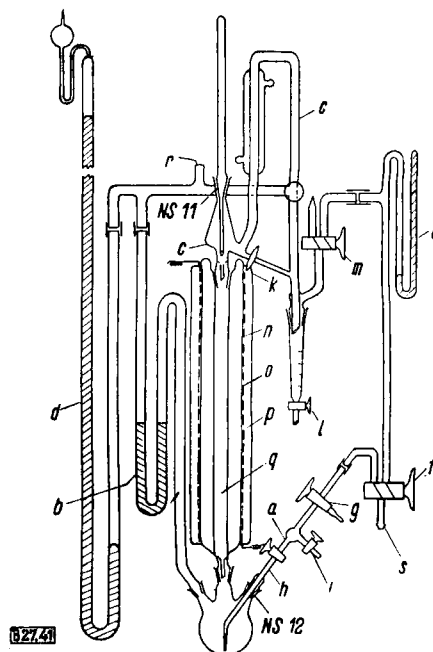
destillation einen erheblich größeren apparativen Aufwand erfordert als die Destillation bei Normaldruck, worauf nachfolgend noch ausführlich eingegangen wird. In einer neueren Arbeit haben Stallcup und Mitarbeiter<sup>170)</sup> gezeigt, daß zur Auftrennung der Terpene bei 20 mm Hg Siebspiralkolonnen nach Lecky und Ewell<sup>171)</sup> gewöhnlichen Füllkörperkolonnen mit 4-mm-Raschigringen oder Berl-Sattelnkörpern erheblich überlegen sind.

Gegenüber der Normaldruckdestillation hat man hier auf folgende Punkte besonders zu achten<sup>172)</sup>:

1. auf die Destillatabnahme;
2. auf die Einstellung und Einhaltung des Destillationsdruckes;
3. auf die Messung des wahren Destillationsdruckes;
4. auf die Verhinderung des Stoßens.

<sup>170)</sup> Siehe Anm. 103.<sup>171)</sup> Siehe Anm. 102.<sup>172)</sup> Siehe Anm. 12.

- a Probenentnahme-Vorrichtung für den Kolben  
b Manometer zur Messung des Druckabfalls in der Kolonne  
c Kolonnenauflauf  
d Manometer zur Messung des Destillationsdruckes im Kolonnenauflauf  
e Gekürztes Manometer zur Messung des Druckes in der Vorlage  
f, g, h, i Hähne zur Entnahme einer Probe aus dem Kolben  
f, k, l, m Hähne zur Entnahme einer Destillatprobe  
n Von innen versilberter Vakuummantel  
o Elektrische Heizvorrichtung für den Vakuummantel  
p Isolierstoff  
q Trennsäule  
r Über den Druckregler zur Wasserstrahlpumpe  
s Zur zusätzlichen Wasserstrahlpumpe

Bild-41  
Braunschweiger Kolonnen-  
apparat zur Vakuum-  
destillation

**Destillatabnahme:** Die Vorlage zur Aufnahme des Destillats muß so eingerichtet sein, daß man mit ihr mehrere Fraktionen getrennt auffangen kann, ohne die Destillation unterbrechen zu müssen. Will man nur in Vorlauf, Hauptlauf und Nachlauf trennen, so genügen drehbare Vorlagen nach Art der Bredtschen Vorlage, Bild 43, oder der „Spinne“, Bild 42. Der Nachteil einer isothermen Destillation innerhalb der Vorlage läßt sich hierbei kaum vermeiden.

Werden, wie es bei der Kolonnendestillation im allgemeinen üblich ist, viele Proben abgenommen, so kommen nur Wechselvorlagen in Betracht, von denen in Bild 44 und 45 zwei Ausführungsformen gezeigt werden<sup>173)</sup>.

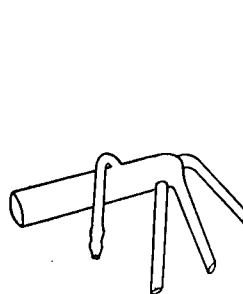
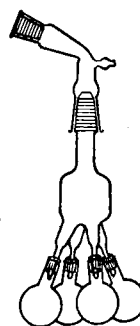
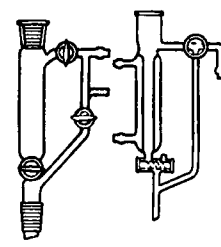
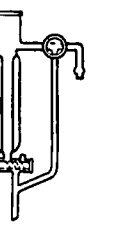


Bild 42-45

Bild 42  
SpinneBild 43  
Bredtsche VorlageBild 44  
Vorlage nach  
Anschütz-ThieleBild 45  
Vorlage mit Was-  
serkühlung nach  
Towne, Young und  
EbyBild 42 bis 45  
Verschiedene Vorlageanordnungen für die Vakuumdestillation

**Druckeinstellung und -einhaltung:** Um isobar arbeiten zu können, muß zwischen Vorlage und Pumpe ein Druckregulator eingeschaltet werden. In den neueren Druckreglern<sup>174)</sup> wird der Druck entweder mittels eines Relais oder mechanisch konstant gehalten. Die beiden in Bild 46 und 47 dargestellten Druckregler haben sich für Destillationen bis herab zu 10 mm Hg bewährt. Sie halten den Druck auf etwa 1—2 mm Hg konstant<sup>174a)</sup>. Gegenüber anderen Regelvorrichtungen haben die erwähnten den Vorteil, daß sie im Aufbau und in der Bedienungsweise einfach sind. Bild 46 zeigt den elektrisch gesteuerten Regler der Leuna-Werke<sup>175)</sup>.

<sup>173)</sup> Siehe Lit. S. 98/99.<sup>174)</sup> Siehe Lit. S. 51/54.<sup>174a)</sup> Nach J. M. O' German, Analyt. Chemistry 19, 506 [1947] kann mit einem Fritten-Druckregler der Druck bis herab zu 2 bis 3 mm Hg über Stunden so genau konstant gehalten werden, wie es die Ablesegenauigkeit eines Hg-Manometers gestattet.<sup>175)</sup> Ich bin den Herren Dr. Dr. Herold und Dr. Wetzel zu Dank verpflichtet für die freundliche Erlaubnis, den Regler hier erstmalig publizieren zu dürfen.

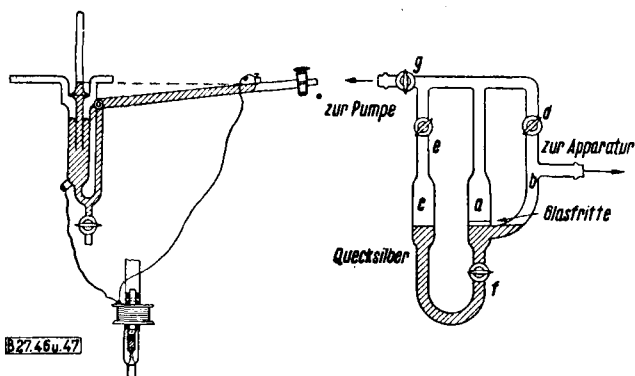


Bild 46 (links)  
Regler der Leuna-Werke

Bild 47 (rechts)  
Regler nach Lewis  
Buchstabenerläuterung s. Text

Bild 46 und 47  
Druckregler zur Vakuumdestillation

Das im oberen Teil von Bild 46 wiedergegebene Steuerorgan wird zunächst evakuiert. Ist Hochvakuum erreicht, so läßt man das bis in das Küken des unteren Hahnes anstehende Quecksilber aus einem nicht gezeichneten Niveaufaß mit Schlauchansatz in den Regler bis zur erforderlichen Höhe ein. Danach wird der Arbeitsdruck in der Apparatur durch entsprechendes Neigen des mit Schlißverbindung versehenen beweglichen Schenkels und damit der Kontakt des Magnet-Stromkreises eingestellt. Der Unterschied zwischen dem zentral eingeschmolzenen Manometer und dem äußeren Gefäß erleichtert die Druckablesung.

Wir benutzen oft den von F. M. Lewis angegebenen mechanischen Regler nach Bild 47, der den Vorzug hat, ohne Zusatzgeräte auszukommen.

Dieser Druckregler arbeitet mit einem Restdruck in Raume c. Man evakuiert bei offenen Hähnen g, e und d. Ist der gewünschte Druck in der Destillationsapparatur erreicht, so schließt man die Hähne e und d. Steigt der Druck in b, d. h. in der Destillationsapparatur, so wird durch den Überdruck die poröse Platte so lange geöffnet, bis der Druck in b wieder gleich dem in c geworden ist. Der Hahn f dient dazu, ein Spritzen des Quecksilbers zu verhindern, wenn man nach beendeter Destillation Luft in die Apparatur einläßt. Der Regler arbeitet am besten, wenn man die poröse Platte schräg stellt<sup>176)</sup>. Zur Abpufferung kleinerer Druckschwankungen dient weiter eine 10-l-Flasche, die zwischen Vorlage und Druckregler eingebaut wird.

**Druckmessung:** Der Destillationsdruck wird im allgemeinen zwischen der Vorlage und dem Druckregulator bzw. der Pumpe gemessen. Der den Destillationskolben verlassende Dampf erfährt auf dem Wege zum Kolonnenaufsatz infolge Reibung einen Druckverlust (dynamischer Druckverlust). Damit der im Manometer gemessene Druck von dem tatsächlich herrschenden Siededruck im Destillationsaufsatz nicht allzu sehr abweicht, müssen die Reibungsverluste möglichst klein gehalten werden. Andernfalls stimmt die im Aufsatz gemessene Siedetemperatur nicht mit dem am Manometer abgelesenen Druck überein. Aus diesem Grunde wählt man alle Leitungen möglichst weit und kurz, der Manometeransatz soll sich direkt hinter der Vorlage befinden<sup>177)</sup>-<sup>178)</sup>.

**Verhinderung des Stoßens<sup>180)</sup>:** Nach unseren Erfahrungen verhindert man das Stoßen am besten dadurch, daß man die Flüssigkeit dauernd örtlich überhitzt. Läßt man durch eine Kapillare Luftbläschen in die Kolbenflüssigkeit eintreten, wie es allgemein üblich ist, so wird im Manometer nicht der Dampfdruck des Gemisches angezeigt, sondern ein Gesamtdruck, der als Summanden Partialdruck der eintretenden Luftmenge enthält. Man hat also keinen Anhalt mehr für den wahren Dampfdruck der Flüssigkeit.

Das Ergebnis einer Destillation mit der in Bild 41 wiedergegebenen Apparatur zeigt Bild 48. In Abhängigkeit von den übergegangenen cm<sup>3</sup> sind hier die zugehörige Siedetemperatur bzw. der entsprechende Brechungsindex aufgetragen. Man ersieht hieraus, daß man auch mit relativ einfachen Hilfsmitteln bei sinnvoller Berücksichtigung der oben angeführten Gesichtspunkte Mehrstoffgemische weitgehend auftrennen kann.

<sup>176)</sup> F. Morton u. A. R. Richards, J. Inst. Petroleum 20, 55/74 [1943].

<sup>177)</sup> C. v. Reichenberg, J. prakt. Chem. 79, 475 [1909]; siehe auch Anm. 5, S. 130/36.

<sup>178)</sup> C. v. Reichenberg u. E. Brauer, Z. physik. Chem., Abt. A 95, 184 [1920].

<sup>179)</sup> M. Furtter, Mitt. Gebiete Lebensmittelunters. Hyg. 70, 200 [1939]; siehe auch Prospekt Nr. 6800 der Fa. Schott & Gen., Jena.

<sup>180)</sup> Siehe auch Lit. S. 95/96.

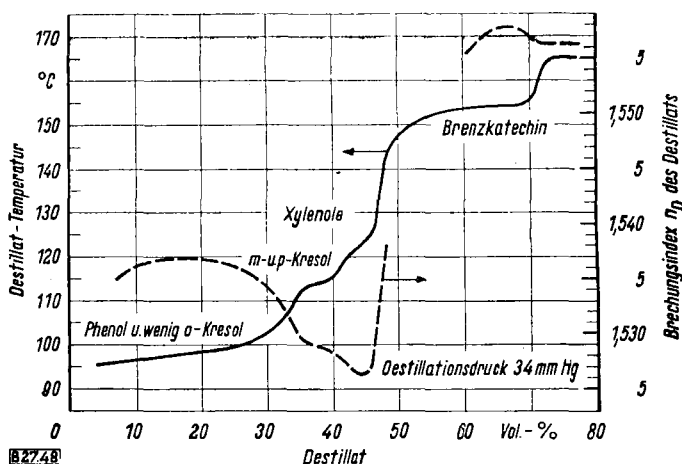


Bild 48  
Destillationskurve eines Phenolsolvanextraktes mit der Braunschweiger Vakuumapparatur

**Druckdestillation.** Die Überdruckdestillation wird man anwenden<sup>181)</sup>,

1. wenn das Phasengleichgewicht für die Trennung bei Überdruck günstiger liegt als bei Normaldruck;
2. wenn bei der Auftrennung tiefsiedender Gemische durch die Anwendung eines Überdruckes die Siedetemperatur so erhöht wird, daß der Rücklauf mit Wasserkühlung erzeugt werden kann;
3. wenn bei Gemischen mit dicht beieinander liegenden Schmelz- und Siedepunkten bei erhöhtem Druck diese Spanne größer ausfällt. Natürlich muß sich der erheblich größere apparative Aufwand lohnen. Im Laboratorium ist die Überdruckdestillation bisher kaum benutzt worden, da die Druckabhängigkeit des Phasengleichgewichts nur für sehr wenige Gemische bekannt ist und da wirtschaftliche Gesichtspunkte wie die Frage des Kühlmittels im Laboratorium meist von sekundärer Bedeutung sind. Wohl aus diesem Grunde ist in den letzten Jahren nur eine Laboratoriumskolonne für Überdruck in der Literatur beschrieben worden<sup>182)</sup>, Bild 49.

Sie dient zur Destillation von Flüssigkeitsgemischen, die unter Zimmertemperatur siedend. Der höchstzulässige Druck beträgt etwa 5 at. Da man in den Kolonnen zur Destillation fettlösender Substanzen Hähne oder Schlitze unter Druck nur schlecht benutzen kann, ist eine besondere Vorrichtung zur Destillatabnahme erforderlich.

Die im Kühler a kondensierte Flüssigkeit tropft in das darunter angebrachte Näpfchen b. Durch das Loch c fließt der Rücklauf in die Kolonne, durch das Kapillarrohr das Destillat in das weitere Rohr d. Hier wird das Destillat mittels der Heizwicklung e verdampft. Die im nachgeschalteten Kühler f kondensierte Flüssigkeit tropft auf das Ventil g, das aus einem mit Luft gefüllten und verschlossenen Glaszylinder, der auf Quecksilber schwimmt, besteht. Zur Dichtung ist die Spitze des Zylinders als Schliß ausgebildet. Das Quecksilber wird entsprechend dem Druck mit einer Niveaueugel h auf eine bestimmte Höhe einge-

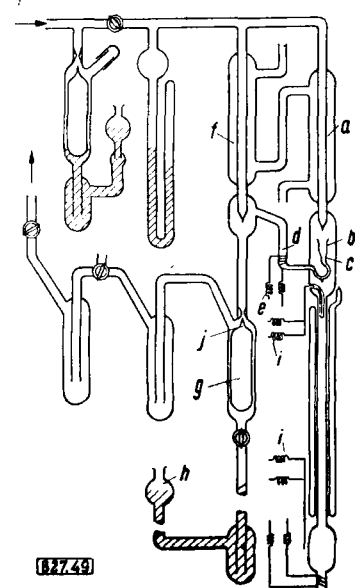


Bild 49  
Kolonnenapparatur zur Druckdestillation nach Simons

- a Kühler
- b Näpfchen zur Aufnahme des Rücklaufs
- c Loch für den Rücklauf
- d Destillatleitung
- e Heizwicklung
- f Destillatkühler
- g Ventil
- h Niveaueugel für Quecksilber
- i Thermoelement

<sup>181)</sup> J. H. Simons, Ind. Engng. Chem., analyt. Edit. 20, 30 [1938].

<sup>182)</sup> Siehe Anm. 181.

stellt. Mittels dieses Ventils kann das Destillat abgenommen werden, ohne daß sich der Druck in der Kolonne ändert.

## Die Destillationstemperatur

Eine gewählte Kolonnenapparatur kann im allgemeinen nur innerhalb eines bestimmten Temperaturbereichs nutzbringend angewandt werden. Man unterscheidet ohne enge Abgrenzung zwischen Tieftemperatur- (Destillationstemperatur unter Zimmertemperatur), Normaltemperatur- (Destillationstemperatur bis etwa 150°) und Hochtemperaturkolonnen (Destillationstemperatur über 150°). Nur bei den Kolonnen zur Normaltemperaturdestillation kann im Kolonnenaufsatz Wasser als Kühlmittel benutzt werden. Die Bedienungsweise dieser Kolonnen ist deshalb am einfachsten.

Da bei dem Trennvorgang in Trennsäulen nicht nur Stoff-, sondern auch Wärmemengen ausgetauscht werden, hat man dem Wärmehaushalt in der Kolonne besondere Beachtung zu schenken. Unter Rektifikation versteht man einen Gegenstrom-Gaswasch-Prozeß, bei dem ein vollkommener und kontinuierlicher Stoff- und Wärmeaustausch zwischen der dampfförmigen und der flüssigen Phase stattfindet<sup>183</sup>. Es handelt sich damit um einen adiabatischen Vorgang. Das in der Kolonne arbeitende Destillationsgut soll weder Wärme von außen her aufnehmen noch nach außen hin abgeben. Dies läßt sich nur erreichen, wenn man das Destillationsrohr gut isoliert. Die Frage des Wärmehaushalts ist um so entscheidender, je kleiner der Durchsatz und je länger die Kolonne ist, sowie je mehr die Siedetemperatur des zu trennenden Gemisches von der Zimmertemperatur abweicht<sup>185</sup>. So läßt sich z. B. eine Füllkörperkolonne von 100 cm Länge und 20 mm Durchmesser bei Siedetemperaturen von 80–100° C auch mit schlechter Isolation durchaus stabil fahren, wenngleich die Wirksamkeit stark absinkt. Dies haben Versuche, die an der Kolonne nach *Grosse-Oetringhaus* durchgeführt wurden, eindeutig gezeigt<sup>184</sup>. Lange Kolonnen mit gleicher Füllung und gleichem Durchmesser, wie sie zur Auftrennung von Vielstoffgemischen, z. B. von Erdöl, benötigt werden<sup>185</sup>–<sup>189</sup>, arbeiten unter diesen Bedingungen meist nicht mehr.

Die beste Isolationsmöglichkeit ist durch einen hochevakuierten (Vakuum geringer als 10<sup>–5</sup> mm Hg), von innen versilberten Vakuummantel<sup>190</sup>–<sup>192</sup> gegeben. Da die Silberspiegel meist nur auf der auf dem Glas anhaftenden Seite blank sind, auf der anderen dagegen im allgemeinen sogar matt, absorbiert der Silberspiegel doch zum Teil die vom Kolonnenrohr abstrahlende Wärmemenge. Diese Wärmemenge gibt der Silberspiegel nun durch Leitung an den Glasmantel ab, der wiederum als guter Grausstrahler die Wärme abstrahlt. Aus diesem Grunde erscheint es zweckmäßiger, wenn man in den hochevakuierten Mantel ein auf beiden Seiten poliertes dünnes Blech bringt, das weder das Kolonnenrohr noch das äußere Mantelrohr direkt berühren darf. Weicht die Siedetemperatur mehr als 100° von der Zimmertemperatur ab, so ist auch der Vakuummantel kein ausreichender Schutz mehr. Der Vakuummantel muß dann zusätzlich geheizt oder gekühlt werden, um die Wärmab- oder -zuführung von außen zu vermeiden. Lange Kolonnen lassen sich nur schwer mit einem Vakuummantel versehen. Hier kann man sich so helfen, daß man das Destillationsrohr zunächst mit einer mehrere cm dicken Schicht Isoliermaterial, wie Asbest, Glas- oder Schlackenwolle usw., umgibt. Die Isolierschicht wird ebenso wie der Vakuummantel zusätzlich geheizt oder gekühlt. Dieser zusätzlichen Heizung bzw. Kühlung hat man eine weit höhere Beachtung zu schenken, als es bei Verwendung eines Vakuummantels notwendig wäre<sup>193</sup>. Würde man das Destillationsrohr direkt ohne Zwischenschaltung eines Vakuummantels oder einer Isolierschicht heizen bzw. kühlen, so würde das in der Kolonne herrschende, sich selbst einstellende Wärmegleichgewicht gestört werden. Bei Kolonnen von mehreren Metern Länge ist es zweckmäßig und, sofern kein Vakuummantel benutzt wird, sogar erforderlich, diese Heizung bzw. Kühlung in mehreren Stufen in der Weise vorzunehmen, daß sich im Mantel längs der Kolonnenlänge von unten nach oben das Temperaturgefälle einstellt, das auch im Innern der Kolonne herrscht.

Aus den vorstehenden Ausführungen geht hervor, daß die Destillation von Gemischen, deren Siedepunkte nur wenig von der Zimmertemperatur abweichen, in Hinsicht auf die Isolation keine Schwierigkeiten bereitet. Sie kann deshalb an dieser Stelle übergangen werden.

<sup>180</sup> Siehe Anm. 4, S. 38/40, 55/56.  
<sup>191</sup> W. J. Podbielniak, Ind. Engng. Chem., analyt. Edit. 5, 119/42 [1933], 13, 639/45 [1941]. Siehe auch Anm. 27, S. 9 sowie 15 und Nr. 149 S. 387/88.  
<sup>192</sup> R. B. Scott, J. W. Cook u. F. C. Brickwedde, Bur. Standards J. Res. 7, 935/43 [1931].  
<sup>193</sup> Über diese Frage wird demnächst ausführlich berichtet.

- <sup>183</sup> Siehe Anm. 27, S. 9 u. 128.  
<sup>184</sup> Siehe Anm. 27, S. 17 und Zählentafel 4.  
<sup>185</sup> Siehe Anm. 7, Zählentafel 4.  
<sup>186</sup> J. H. Bruun u. S. T. Schicklitz, Bur. Standards J. Res. 7, 851/82 [1931], Abb. 17.  
<sup>187</sup> M. R. Fenske, D. Quiggle u. C. O. Tongberg, Ind. Engng. Chem., ind. Edit. 24, 408/18 [1932]. M. R. Fenske, C. O. Tongberg, D. Quiggle u. D. S. Cryder, Ind. Engng. Chem., ind. Edit. 28, 644/45 [1936].  
<sup>188</sup> E. Jantzen u. W. Hake, diese Ztschr. 12, 329/31 [1939].  
<sup>189</sup> J. R. Bates, F. W. Rose jr., S. S. Kurtz jr. u. I. W. Mills, Ind. Engng. Chem., ind. Edit. 34, 147/52 [1942].

- a Kühkopf  
b Dewargefäß für flüssige Luft  
c Hahnssystem, das alle Apparateanschlüsse in sich vereinigt und bei bestimmten Hahnstellungen miteinander verbinden kann  
d Motoren zum Betrieb der Wagenwelle  $l_1$  und des Ventils  $e$   
e, f Ventile  
g Off-narmiges Kontaktmanometer mit 3 Kontakten  $q$  an den Relais  $t$  und  $u$  und der Lampe  $v$   
h Elektromagnetisches Ventil für die Steuerung der Preßluft zur flüssigen Luft in  $b$   
i Elektromagnetisches Ventil zum Druckschluß des Ventils  $f$ , das die Kolonne auf unendlichen Rücklauf einstellt  
j Preßluftanschluß und Leitungen  
k Kompensations-Kontakt-Manometer dient zur Angleichung des Dampfdruckes im Kolonnenkopf an konstanten Druck in der Kompensationsflasche  $m$   
l Vertikalbeweglicher Wagen mit der Kontaktstange für das Kontaktmanometer  $k$   
n Leitung vom Kolonnenkopf nach dem Kompensationsmanometer  $k$   
o Füllvorrichtung zum Destillationskolben  
p Destillat-Auffangvorrichtung  
q Kontaktleitungen aus dem Manometer  $g$  zur Regelung der Relais  $t$ ,  $u$  und der Lampe  $v$   
r Relais zur Regelung der Destillationstemperatur, wird durch das Kontaktgetriebe  $d_1$  betätigt und wirkt über den Motor  $d$  auf Ventilöffnung  $e$   
s Relais zur Regelung des Destillationsdruckes, wird durch das Kompensations-Kontakt-Manometer  $k$  über den Wagen  $l$  und der Welle  $l_1$  betätigt und wirkt über den Motor  $d$  auf Ventile  $e$  und  $f$   
t Relais zur Regelung der Destillatabnahme, wird über den Kontakt  $q$  am Manometer  $g$  betätigt und wirkt über das elektromagnetische Ventil  $i$  auf das Ventil  $f$   
u Relais zur Regelung der Zufuhr von flüssiger Luft aus  $b$  in den Kühkopf  $a$ , wird über den Kontakt  $q$  am Manometer  $g$  betätigt und wirkt über das elektromagnetische Ventil  $h$  auf die Zuführung von Preßluft nach  $b$   
v Kontrolllampe zur Störungsansage im Kreislauf der flüssigen Luft, wird durch den Kontakt  $q$  am Manometer  $g$  betätigt  
w Kontrolllampe zur Anzeige einer vollen Destillatauffangflasche  $p$ , wird von dem Kontakt  $w_1$  durch den Wagen  $l$  betätigt  
x Kontrolllampe macht mittels des Kontaktes  $x_1$  auf Änderung des Destillationsdruckes aufmerksam  
y Summer für die Kontrolllampen  $v$ ,  $w$  und  $x$   
z Transformator für 6 und 110 Volt

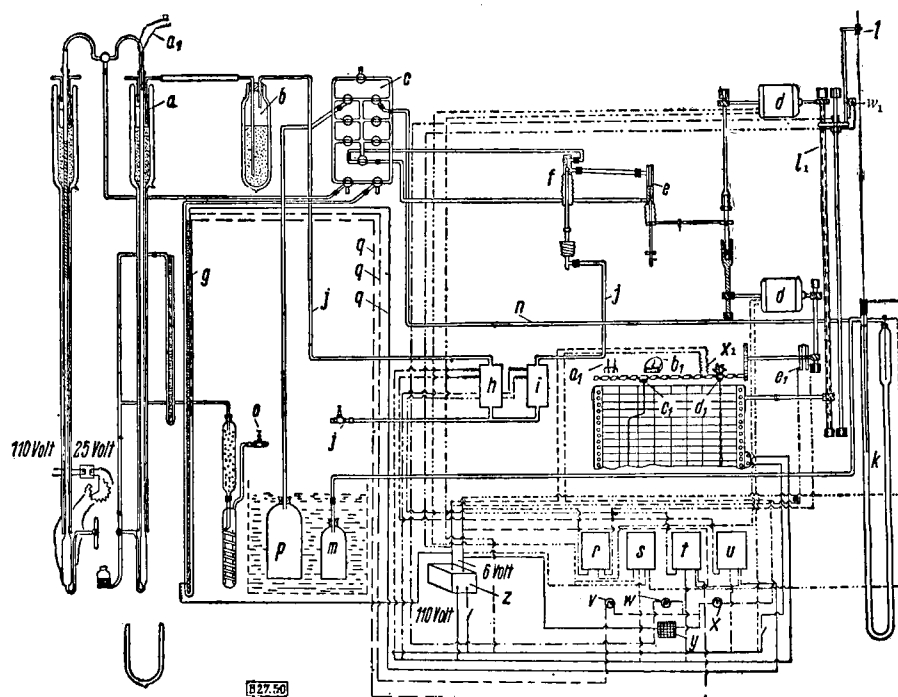


Bild 50  
Schaltbild der Podbielniak-Apparatur, Modell L

- $a_1$  Thermoelementanschlüsse  
 $b_1$  Kontaktgalvanometer in Potentiometerschaltung  
 $c_1$ ,  $d_1$  Schreiber für Destillationsmengen- und Destillationsmengen-Temperatur-Kurven  
 $e_1$  Kontaktgetriebe für  $r$

**Tieftemperaturdestillation.** Hier wird der Rücklauf je nach der Destillationstemperatur mit flüssiger Luft, flüssigem Stickstoff oder mit anderen Kühlbädern erzeugt, z. B. unter Verwendung von Kohlensäure-Schnee. Zur Trennung von Gemischen tiefsiedender Kohlenwasserstoffgase ist besonders die Kühlung mit flüssigem Stickstoff zu empfehlen, da beim Umgang mit flüssiger Luft bei Undichtigkeiten der Apparatur Explosionen auftreten können.

Die Gemische zur Tieftemperaturdestillation liegen naturgemäß meist gasförmig und deshalb häufig auch nicht in großer Menge vor. Die besonderen Schwierigkeiten bei der Heizung und Kühlung verbieten für die normalen Zwecke die Trennung größerer Mengen. Aus diesem Grunde sind diese Kolonnen im allgemeinen nur für geringeren Durchsatz eingerichtet als die Kolonnen zur Normaltemperaturdestillation. So finden wir unter den Kolonnen zur Tieftemperaturdestillation nur solche Typen vertreten, die einen geringen Säulinhalt aufweisen wie z. B. Spiralrohr-, Spiral- oder *Vigreux*-Kolonnen<sup>194)</sup>. Bodenkolonnen sind für Laboratoriumszwecke bisher selten vorgeschlagen worden<sup>195)</sup><sup>196)</sup> und auch dann nur, wenn es sich um präparative Trennungen handelte. Da Kolonnen mit einem geringen Säulinhalt meist auch gegen Betriebschwankungen sehr empfindlich sind, hat man frühzeitig versucht, diese Kolonnen automatisch zu betreiben. Die Mechanisierung der Laboratoriumsdestillation ist im wesentlichen von der Tieftemperaturdestillation ausgegangen. Grundlegend und richtungs-

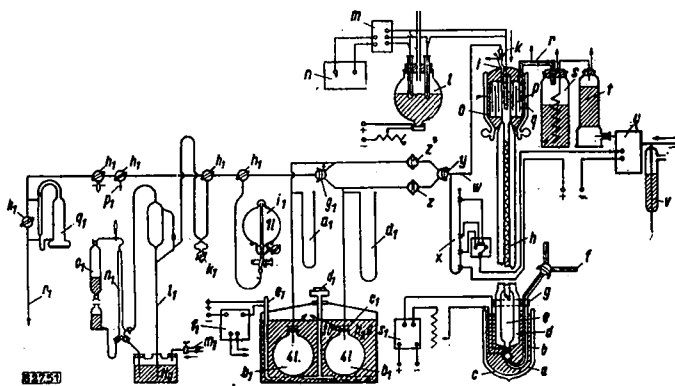


Bild 51  
Apparatur zur Tieftemperatur-Rektifizierung (abgewandelte Podbielniak-App.)

- |                                                           |                                                                                                                                                                    |
|-----------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| a Kapillare zum Füllen und Entleeren der Blase            | w Kapillarleitung von 1,5 mm Durchmesser bis zu den Regulierhähnen einschließlich                                                                                  |
| b Feinste Glaswolle                                       | x Kontaktmanometer                                                                                                                                                 |
| c Dewargefäß                                              | y Czak-Kapillarahn                                                                                                                                                 |
| d Vakuummantel                                            | z Feinregulierhähne mit Kerbe                                                                                                                                      |
| e Destillationsblase mit elektrischer Heizung             | a <sub>1</sub> Manometer mit konstantem Niveau                                                                                                                     |
| f Zum Quecksilber-Niveaugefäß                             | b <sub>1</sub> 4 l-Kolben für das Destillat                                                                                                                        |
| g Schelle                                                 | c <sub>1</sub> Thermostat                                                                                                                                          |
| h Kolonnenrohr mit Metallschleife                         | d <sub>1</sub> Rührwerk                                                                                                                                            |
| i Piezoinerter Schiffs                                    | e <sub>1</sub> Tauchsieder                                                                                                                                         |
| k 2-3 Lötstellen des Kupfer-Konstantan-Thermoelementes    | f <sub>1</sub> Relais zur Regelung des Heizstromes für den Tauchsieder e <sub>1</sub> , das durch ein im Thermostat angebrachtes Kontaktthermometer gesteuert wird |
| l Kolben mit sied. Wasser als Thermoelement-Dezugschalter | g <sub>1</sub> Czakohahn mit weiter Bohrung                                                                                                                        |
| m Meßbereichumschalter                                    | h <sub>1</sub> Gewöhnliche Dreiweghähne                                                                                                                            |
| n Millivoltmeter                                          | i <sub>1</sub> Junkerscher Kalibrierkolben                                                                                                                         |
| o Feinste Glaswolle                                       | k <sub>1</sub> Quecksilber-Abstreifflasche                                                                                                                         |
| p Kühlelement im Kolonnenkopf für flüssige Luft           | l <sub>1</sub> Stockpumpe                                                                                                                                          |
| q Mit Schiffs aufsetzbarer Vakuummantel für Kolonnenkopf  | m <sub>1</sub> Preßluftanschluß                                                                                                                                    |
| r Doppelwandiges Glasrohr                                 | n <sub>1</sub> 200 cm <sup>3</sup> -Bürette                                                                                                                        |
| s Thermoflasche mit flüssiger Luft oder Stickstoff        | o <sub>1</sub> Gaspitte                                                                                                                                            |
| t Trockenturm                                             | p <sub>1</sub> Anschluß an Wasserstrahlpumpe oder Hausvakuum                                                                                                       |
| u Funktrefreies Regelventil                               | q <sub>1</sub> Einstufige Quecksilberpumpe                                                                                                                         |
| v Quecksilbersicherheitsstauung                           | r <sub>1</sub> Anschluß an Ölpumpe                                                                                                                                 |

weisend für den automatischen Betrieb sind auch heute noch die Arbeiten von Podbielniak<sup>197)</sup>, Booth und Bozarth<sup>198)</sup>, sowie vielen anderen<sup>199)</sup><sup>200)</sup>. In Bild 50 ist das Schaltschema für eine vollautomatische Destillationsapparatur nach Podbielniak wiedergegeben, Bild 51 zeigt die Anordnung einer Podbielniak-Apparatur,

wie sie in Deutschland benutzt wird. Einzelheiten würden den Rahmen dieser Abhandlung sprengen.

Die Einsatzmenge liegt im allgemeinen zwischen 5 und 50 cm<sup>3</sup> Flüssigkeit. Die Destillation noch kleinerer Mengen erfordert besondere Ausführungsformen. Für diesen Zweck beschreibt Fitch<sup>201)</sup> eine besondere Form der Podbielniak-Kolonne. Auch das Braunschweiger Laboratorium hat sich vor Jahren mit diesem Problem befaßt<sup>202)</sup><sup>203)</sup> und hat gleichfalls eine modifizierte Podbielniak-Kolonne benutzt. Zwei weitere sehr einfache Mikrokolonnen zur Tieftemperaturdestillation sind von Simons<sup>204)</sup> und von Ramler und Simons<sup>205)</sup> angegeben worden; sie sind nach dem Prinzip der Vigreux-Kolonnen gebaut. In Bild 52 ist das zweite Modell dargestellt.

Bisher hat man die meisten technisch wichtigen, tiefsiedenden Kohlenwasserstoffgemische mit Kolonnen trennen können, deren Wirksamkeit etwa 20 bis 30 theoretische Böden beträgt. In den letzten Jahren hat die Trennung von engsiedenden Gemischen wie Propylen-Propan, i-Butan-i-Butylen usw. besondere technische Bedeutung erlangt. Die quantitative Trennung dieser Gemische läßt sich mit den Spiral- und Spiralrohrkolonnen nicht vollkommen durchführen; hierfür sind wirksamere Kolonnenarten erforderlich. So eignen sich die Heli-grid-Packung nach Podbielniak<sup>206)</sup> oder

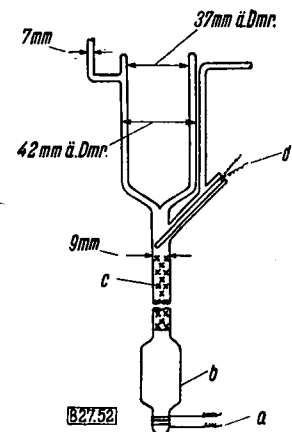


Bild 52  
Mikrokolonne für tiefe Temperaturen nach Ramler und Simons  
a Elektrische Heizung des Kolbens  
b Destillationskolben  
c Trennsäule mit Einstichen nach Vigreux  
d Thermoelement

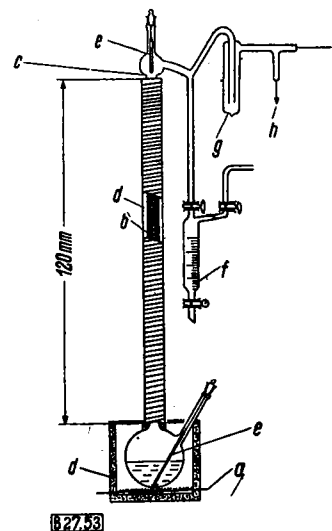


Bild 53  
Vakuumkolonne nach Muir, Schickel und Rose jr.

- |                                           |
|-------------------------------------------|
| a Elektrische Heizung des Kolbens         |
| b Elektrische Heizung des Kolonnenmantels |
| c Kolonne mit Aufsatz                     |
| d Isolation des Kolbens und der Kolonne   |
| e Thermometer                             |
| f Destillationsvorlage                    |
| g Ausfrierflasche                         |
| h Anschluß für das Manometer              |
| i Anschluß für die Vakuumpumpe            |

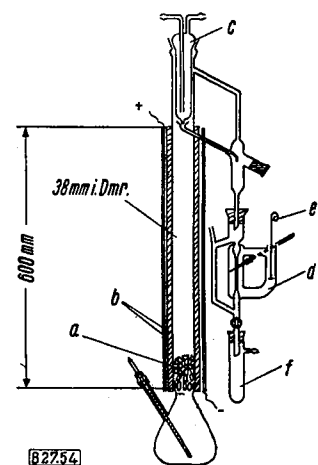


Bild 54  
Vakuumkolonne für hohe Temperaturen nach Jantzen und Tiedcke  
a Füllkörpersäule  
b Isolation  
c Kühler  
d Analysator  
e Rührer  
f Vakuumvorlage

Drahtnetzfüllungen nach Stedman<sup>207)</sup> sowie Lecky und Ewell<sup>208)</sup> für diesen Zweck ausgezeichnet, da in ihnen eine hohe Wirksamkeit mit einem geringen Säulinhalt kombiniert ist. Für die übliche Betriebsanalyse reichen aber heute noch die normalen Spiral- oder Spiralrohrkolonnen aus.

<sup>194)</sup> Siehe Lit. S. 121/24.

<sup>195)</sup> J. H. Braun, S. D. West, Ind. Engng. Chem., analyt. Edit. 9, 217/18 [1937].

<sup>196)</sup> Siehe Anm. 128.

<sup>197)</sup> W. J. Podbielniak, Ind. Engng. Chem., Analyt. Edit. 5, 119/42, 172/78 [1933]; Oil Gas J. 32, 68/71 [31. 3. 1932].

<sup>198)</sup> H. S. Booth u. A. R. Bozarth, Ind. Engng. Chem., ind. Edit. 29, 470/75 [1937].

<sup>199)</sup> Siehe Lit. S. 50 ff.

<sup>200)</sup> Auch die von Wusizow (Anm. 39) im Ammoniakwerk Merseburg entwickelte Tieftemperaturkolonne ist von Dr. Wetzel (Ammoniakwerk Merseburg) zum halbautomatischen Betrieb eingerichtet worden, wobei gleichzeitig die Kolonne auch noch wesentliche Verbesserungen erfahren hat. Die hier entwickelte Automatik hat gegenüber anderen den Vorzug, im Aufbau und im Betrieb einfach zu sein.

<sup>201)</sup> L. H. Fitch, Nat. Petrol. News 23, Nr. 25, 66/71 [1931].

<sup>202)</sup> Gg. R. Schultze u. H. Weller, Öl u. Kohle, Erdöl u. Teer 14, 998/1011 [1939]; siehe auch H. Weller: Der Spaltmechanismus isomerer Paraffine. Diss., Universität Berlin 1938, S. 6.

<sup>203)</sup> H. Krahmer: Destillationsanalyse schwer trennbarer Kohlenwasserstoffgemische. Diplomarbeit, Universität Berlin 1941.

<sup>204)</sup> J. H. Simons, Ind. Engng. Chem., analyt. Edit. 10, 648 [1938].

<sup>205)</sup> E. O. Ramler u. J. H. Simons, Ind. Engng. Chem., analyt. Edit. 14, 430 [1942].

<sup>206)</sup> Siehe Anm. 108.

<sup>207)</sup> Siehe Anm. 104 und 105.

<sup>208)</sup> Siehe Anm. 106 und 107.

Hochtemperaturdestillation. Hochtemperaturdestillationen werden meist im Vakuum ausgeführt. Während es sich bei der Tieftemperaturdestillation häufig um analytische Aufgaben handelt, spielt hier vor allem die präparative Trennung eine Rolle, weil die analytische Destillation hochsiedender Stoffgemische vorläufig noch hoffnungslos kompliziert erscheint. Aus diesem Grunde ist der Einsatz größerer Mengen erforderlich. Aber auch zur analytischen Destillation werden im Hochtemperaturgebiet wegen der großen Anzahl stofflicher Individuen größere Einsätze benötigt als bei tiefen Temperaturen. Die bisher entwickelten Kolonnen dieses Anwendungsbereiches dienen deshalb hauptsächlich dazu, einzelne, besonders interessante Fraktionen aus einem gegebenen Vielstoffgemisch herauszuschneiden, um diese Fraktionen dann genauer zu analysieren. Die Kolonnen zur Hochtemperaturdestillation im Laboratorium lassen sich dadurch charakterisieren, daß sie dem aufsteigenden Dampf möglichst keinen Widerstand entgegensetzen und an die Umgebung keine Wärme abgeben dürfen.

Bild 53 zeigt eine Apparatur, die von Mair und Mitarbeitern<sup>109)</sup> zur Auftrennung von Schmierölfraktionen benutzt worden ist. Die schon bei der Besprechung der Vakuumdestillation erwähnte Kolonne nach Jantzen und Tiedcke<sup>110)</sup>, Bild 54, eignet sich gleichfalls zur Trennung hochsiedender Stoffgemische, wenn man ihre Wirksamkeit auch nicht allzu hoch einschätzen darf. Die Verwendung des in Bild 54 gezeigten Kolonnenaufsatzes gestattet die Trennung von Gemischen, die bei Zimmertemperatur erstarren. Bei den Kolonnen zur Hochtemperaturdestillation muß nämlich darauf geachtet werden, daß Destillat und Rücklauf im Aufsatz nicht auskristallisieren können. Aus diesem Grunde werden hier der Kolonnenaufsatz und die Vorlage häufig geheizt. [B 27, II]

(Schluß folgt)

<sup>109)</sup> B. J. Mair, S. T. Schickelanz u. F. W. Rose Jr., J. Res. nat. Bur. Standards 75, 557/73 [1955]. Siehe auch: R. T. Leslie u. W. W. Heuer J. Res. nat. Bur. Standards 22, 515/33 [1938].

<sup>110)</sup> Siehe Anm. 166.

## BERICHTE AUS DER CHEMISCHEN TECHNIK

### Versammlungsberichte

#### Tagung des technischen Ausschusses beim Eisenportland- und Hochofenzement e. V. und des Ausschusses zur Verwertung der Hochofenschlacke im Verein deutscher Eisenhüttenleute am 10. Juli 1947 in Düsseldorf

F. KEIL, Düsseldorf: *Erhärtungsvorgänge bei Zementen und Hochofenschlacken.*

Die Kolloid-Theorie von W. Michaelis in der von H. Kühl vertretenen Form hat auch heute noch Gültigkeit. Die meisten Eigenschaften des erhärtenden und des festen Betons, wie Schwinden, Quellen, Kriechen, Selbstheilung usw., lassen sich nur erklären, wenn man eine feindisperse Natur der Neubildungen annimmt, bei der der kolloiden Kieselsäure eine vorherrschende Rolle zukommt. Die Frage, inwieweit diese kolloiden Neubildungen schon von vornherein oder später kristallin sind oder werden, ist danach von untergeordneter Bedeutung. Bei den silikatischen Gläsern sind durch die Untersuchungen mit Röntgenstrahlen Netz- und Gitterstrukturen nachgewiesen worden, die den Kristallstrukturen der festen Silikate ähnlich sind. Man darf deshalb auch auf die glasige Hochofenschlacke die von E. Brandenberger aufgestellte Theorie anwenden, wonach die Hydraulizität der kalkreichen Silikate eine Folge ihrer besonderen Struktur ist. Die Beständigkeit des Kieselsäure- bzw. Kieselsäure-Tonerde-Gerüsts und seine Bedeutung für die Erhärtung der Hochofenschlacke geht aus den Beobachtungen von V. Sevieri, A. Guttman und eigenen Versuchen hervor. In Übereinstimmung mit den Arbeiten von W. Strätling wurden als Neubildungen der Erhärtung auch Hydrate aus allen drei Stoffen Kalk, Kieselsäure und Tonerde festgestellt. Wenn man sich die bei austrocknenden Feinmehlen, wie feinem Meeressand und Ton auftretenden festkeitsbildenden Kräfte bis in die kolloiden Feinheiten hinab gesteigert vorstellt, dann bedarf es nicht mehr der uns befremdenden Vorstellung der „inneren Absaugung“, um die Entstehung der Festigkeit bei Portlandzementen und Hochofenschlacken zu verstehen.

G. MUSSGUG, Oberhausen: *Ansatzbildung im Zementdrehofen und Futterhaltbarkeit.*

Die planmäßige Förderung der Ansatzbildung ist das geeignete Mittel, um die Lebensdauer des feuerfesten Futters zu erhöhen. Für die Ansatzbildung ist die chemische Zusammensetzung des Brenngutes ausschlaggebend, in erster Linie das Verhältnis von Kieselsäure zu Tonerde, außerdem der sog. Tonerdemodul, d. i. das Verhältnis von Tonerde zur Summe von Eisen- und Manganoxyd. Tatsächlich ist es bei geeigneter Ofenführung und entsprechender chemischer Zusammensetzung des Brenngutes möglich, die Ansatzbildung im Drehofen so zu lenken, daß lange Laufzeiten erzielt und Futtererneuerungen in der Sinterzone erst nach mehrmonatiger, unter günstigen Voraussetzungen oft erst nach mehrjähriger Ofenreise erforderlich werden. Diese günstigen Ergebnisse werden auch bei häufigen und längeren Ofenstillständen erzielt, da bei entsprechender chemischer Zusammensetzung der Ansatz einen festen Panzer um das Futter bildet, dessen Standfestigkeit weder durch längere Stillstände noch durch wiederholtes Abkühlen oder Aufheizen beeinträchtigt wird.

K. BÖRNER, Hannover: *Zementbrennen auf dem Sinterband.*

Im Zementwerk „Stadt Oppeln“ wurde im Jahre 1940 die von der Lurgi-Chemie in Gemeinschaft mit Krupp erbaute Zement-Sinteranlage mit einem Dwight-Lloyd-Band in Betrieb genommen. Die Anlage in Stadt Oppeln stellte den ersten Großversuch dar, um das Verfahren auf seine praktische Brauchbarkeit hin zu prüfen. Im Jahre 1942 wurde der Abnahmeversuch durchgeführt. Mit dem Band von 26 m<sup>2</sup> Saugfläche wurde eine Leistung von 294 t gutgesintertem Klinker in 24 Stunden bei einem Gesamtwärmeaufwand (Koks im Krümelgut + Zündofenkohle) von 1241 kcal/kg Klinker und einem Kraftverbrauch von 20,51 kWh/t Klinker erzielt.

Das Sinterbandverfahren hat vor dem Brennen im Drehofen den Vorteil, daß die Ausmauerung mit feuerfestem Futter völlig wegfällt und das Sinterband jederzeit kurzfristig angefahren und abgestellt werden kann. Mit weiteren Fortschritten des Verfahrens darf man rechnen, wenn es, wie beabsichtigt, zur Herstellung anderer Baustoffe verwendet wird.

G. MUSSGUG: *Neuzeitliche Planung von Hüttenzementwerken.*

Die Verwendung der schnellgeköhlten basischen Hochofenschlacke läßt die Herstellung verschiedener hydraulischer Bindemittel zu. Heute ist der Kohlenverbrauch für die Zementherstellung von besonderer Bedeutung. Er verringert sich mit der Erhöhung des Anteils an Hochofenschlacke, d. h. vom Portlandzement über Eisenportlandzement und Hochofenzement bis zum Gipschlackenzement und Mischbinder. Bei der Planung eines Hüttenzementwerkes sollte die getrennte Vermahlung von Klinker und Schlacke vorgesehen werden, die höhere spezifische Mahlleistungen bringt.

A. KOCH, Duisburg: *Entwicklung der Verwendung von Hochofenschlacke in den letzten 10 Jahren.*

Die Schlackenmenge je t Roheisen erhöhte sich von etwa 750 kg in den Jahren 1936 bis 1939 auf 900 kg im Jahre 1943 und erreichte 1946 den Höchststand von 962 kg als Folge der Verhüttung eines eisenärmeren Möllers. Der gesamte Schlackenentfall belief sich im Jahre 1936 auf 10, 1939 auf 14, 1943 sogar auf 22 Mill. t. Im Jahre 1936 stammten 68% der Hochofenschlacke aus der Erzeugung von Thomasroheisen, 14% aus der von Gießerei- und Hämatitroheisen und 18% aus manganhaltigen Roheisenarten. Im Jahre 1946 betrug der Anteil der Thomasroheisenschlacke am Gesamtentfall 80%. Man kann drei Absatzgruppen unterscheiden: Die erste mit 0,8 bis 1,7 Mill. Jahrestonnen umfaßt Brecherschlacke, Schlackensand für Bauzwecke und Zement und endlich Schlacke für Bergeversatz und Anschüttung; sie macht mehr als 70% des Absatzes aus. In der zweiten Gruppe zwischen 100 000 bis 500 000 Jahrestonnen liegen die arbeitsintensiveren Erzeugnisse wie Packlage, Hüttensteine, Teermakadam, in der dritten Gruppe mit Mengen unter 100 000 Jah-