

Die Kolonnen zur Laboratoriumsdestillation

Eine Übersicht über den Entwicklungsstand der Kolonnen zur Destillation im Laboratorium

Von F. STAGE, Helmstedt

(Fortsetzung aus Heft 8, S. 221)

In dem nachfolgenden letzten Teil dieser Arbeit werden innerhalb der verfahrenstechnischen Erfahrungen und Möglichkeiten der Einfluß des Destillationsvolumens und des Destillationsverfahrens besprochen

Das Destillationsvolumen

Präparative oder analytische Destillation. Während man bei präparativen Destillationen einen großen Durchsatz erzielen will und die in der Kolonne verbleibende Menge nur eine untergeordnete Rolle spielt, kommt es bei analytischen Destillationen neben einer ausreichenden Trennschärfe darauf an, daß in der Kolonne möglichst wenig Substanz zurückbleibt, da diese Menge der Bestimmung entzogen wird. Betriebsanalysen sollen in möglichst kurzer Zeit durchgeführt werden können, so daß Kolonnen zur Betriebskontrolle auch hohe Belastungen vertragen müssen. Bei präparativen Trennungen sind also nur die Wirksamkeit und der Belastungsbereich der Trennsäule entscheidend, während die Kolonnen für analytische Aufgaben außerdem noch einen geringen Säuleninhalt aufweisen sollen. So sind Boden- und Füllkörperkolonnen in gleicher Weise für präparative Destillationen geeignet. Wie schon an anderer Stelle²¹¹⁾ gezeigt wurde, ist für die Größe der Übergangsfraktion²¹²⁻²¹⁴⁾, die bei analytischen Trennungen klein sein soll, vor allem der „tote Kolonneninhalt“ verantwortlich zu machen. Der „tote Kolonneninhalt“ ergibt

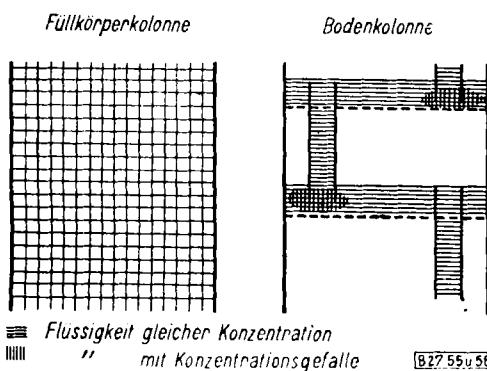


Bild 55 und 56 Schematische Darstellung der Konzentrationsänderung in Trennsäulen

Bild 55 (links)
Füllkörper-Kolonnen

Bild 56 (rechts)
Bodenkolonnen

sich als Summe aller Flüssigkeitsmengen in der Kolonne, die in senkrechter Richtung kein Konzentrationsgefälle aufwiesen. Aus Bild 55 und 56 ist zu erkennen, daß für Bodenkolonnen dieser Anteil im allgemeinen erheblich größer ist als für Füllkörperkolonnen. So eignen sich die üblichen Bodenkolonnen schlecht für analytische Aufgaben. Bei der in Braunschweig entwickelten zweiten Bodenkolonne, Bild 33, ist der Bodeninhalt und damit auch der tote Kolonneninhalt auf ein Minimum herabgesetzt, so daß dieses Modell auch für analytische Zwecke brauchbar ist. Bild 57 zeigt eine Füllkörperkolonne, die von Ferguson²¹⁵⁾ für analytische und präparative Zwecke zum halbautomatischen Betrieb entworfen worden ist. Das Destillat wird alle 30 Sekunden mittels eines 50-Ohm-Solenoids selbsttätig abgenommen. Diese Trennsäule ist in ihrer Wirksamkeit der neuen Füllkörperkolonne der RWA-Arbeitsgemeinschaft Laboratoriumsrektifikation²¹⁶⁾ keineswegs überlegen.

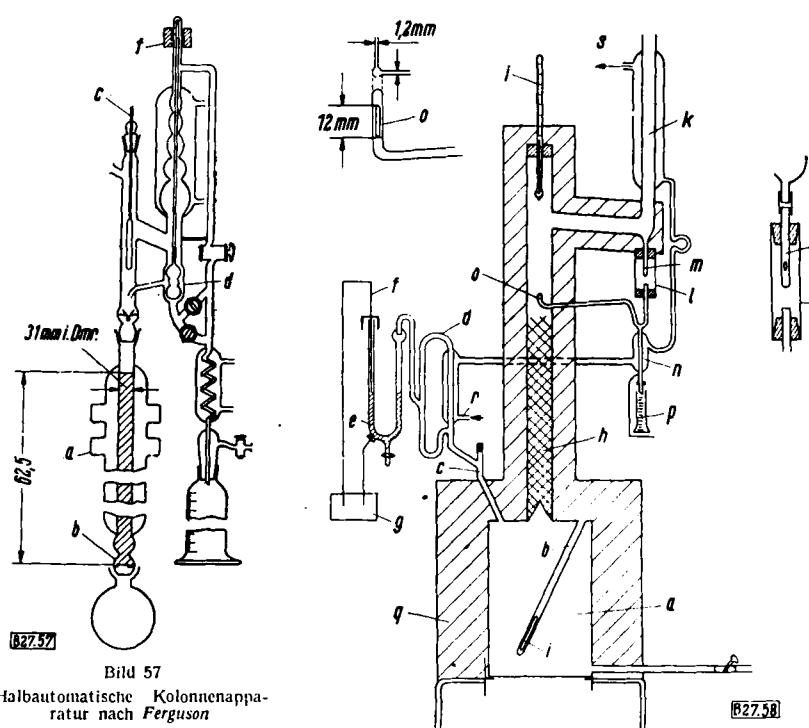


Bild 57
Halbautomatische Kolonnenapparatur nach Ferguson

- a Vakuummantel
- b Trennsäule
- c Widerstandsthermometer
- d Ventil zur Regelung der Destillateinnahme
- f 50 Ω-Solenoid

Bild 58 Füllkörperkolonne für präparative Zwecke aus Metall nach Stage

- a 20-l-Destillationsblase
- b Thermometerstützen
- c Stutzen zum Füllen der Blase und zur Messung des Druckabfalles
- d Anschluß und Kühler zur Messung des Druckabfalles
- e Quecksilberkontakt-Manometer aus Glas
- f Mit Gewindeführung versehener Kontaktgeber
- g Relais zur Steuerung der Heizung
- h Kolonnenrohr mit Füllkörperfüllung
- i Thermometer
- k Rücklaufkühler
- l Schauglas zur Beobachtung des Rücklaufs
- m Meßdüse für den Rücklauf
- n Destillatkühler
- o Rücklaufvorrichtung
- p Destillationsvorlage
- q Isolierung (gegebenenfalls mit elektrischer Kolonnenbeheizung)
- r Kühlwassereintritt
- s Kühlwasseraustritt

häufig anfallende Arbeiten. Da die Apparatur praktisch fast keine zerbrechlichen Teile enthält, kann durch eine unsachgemäße Behandlung, wie sie sich im normalen Laboratoriumsbetrieb kaum vermeiden läßt, kein großer Schaden verursacht werden. Als wesentliche Kennzeichen dieser Kolonne sind neben ihrem großen Belastungsbereich, ständig bis zu 5 l Rücklauf bei 2-mm-Spiralfüllkörpern (bei größeren Füllkörpern entsprechend größere Rücklaufmengen) — ihre Unempfindlichkeit gegenüber Betriebsschwankungen hervorzuheben.

²¹¹⁾ Siehe Anm. 27, S. 6.
²¹²⁾ A. Rose u. L. M. Welshans, Ind. Engng. Chem., ind. Edit. 32, 668/72 [1940].
²¹³⁾ A. Rose, L. M. Welshans u. H. H. Long, Ind. Engng. Chem., ind. Edit. 32, 673/75 [1940].
²¹⁴⁾ A. P. Colburn u. R. F. Stearns, Trans. Amer. Inst. chem. Engr. 37, 291/309 [1941].
²¹⁵⁾ B. Ferguson jr., Ind. Engng. Chem., analyt. Edt. 14, 493/96 [1942].
²¹⁶⁾ Über die Wirksamkeit der „Normalkolonne“ der Arbeitsgemeinschaft Laboratoriumsrektifikation, siehe hierzu auch Tabelle 2.

²¹⁷⁾ Die Kolonne wird hier erstmalig beschrieben. Weitere Angaben folgen demnächst. Sie wird von dem Laboratorium für chemische Verfahrenstechnik Dr. Stage, Helmstedt, hergestellt.

Von den Bodenkolonnen eignen sich für Rücklaufmengen von 1 bis 2 l/h die Kolonnen nach *Bruun*²¹⁸), Bild 27, sowie *Greiner und Friedrichs*, Bild 31, nach *Groll-Oldershaw*²¹⁹), Bild 23, und nach *Klein-Stage-Schultze*²²⁰), Bild 32, für größere Durchsätze kommt die Kolonne nach *Sigwart*²²¹), Bild 24, in Frage. Welche Kolontypen für analytische Zwecke zu empfehlen sind, hängt von der Einsatzmenge ab. Der Arbeitsinhalt soll möglichst weniger als 10% des Einsatzes ausmachen. Beträgt der Einsatz 200 cm³, so lassen sich vorteilhaft die gewöhnlichen Füllkörperkolonnen verwenden. Für kleinere Einsätze empfiehlt sich bei hohen Anforderungen an die Trennschärfe die Verwendung von Kolonnen mit Drahtfüllungen nach *Stedman*²²²), Bild 16, nach *Lecky und Ewell*²²³), Bild 15, oder nach *Podbielnik*²²⁴), Bild 17, bei geringeren Anforderungen Kolonnen mit Spiralrohren²²⁵), Bild 10, oder konzentrischen Rohren²²⁶), Bild 2, 3 und 4. Da die letzten Kolonnen nur geringe Belastungen vertragen, erfordern die Destillationen dann mehr Zeit.

Bisher haben wir die Kolonnen allein nach der Wirksamkeit, dem Belastungsbereich und dem Arbeitsinhalt beurteilt, während die Frage des Werkstoffs außer acht gelassen worden ist. Dem letzten Problem hat man bei der Destillation aggressiver Flüssigkeitsgemische besondere Aufmerksamkeit zu schenken²²⁷). Für kleine Laboratoriumskolonnen (100 bis 200 cm lang), wie sie besonders für analytische Zwecke benötigt werden, kommt als Baustoff vor allem Glas in Betracht. Es ist einmal das billigste korrosionsbeständige Material, und zum andern kann man bei Verwendung von Glas, soweit als Isolation ein versilberter und mit Sichtstreifen versehener Vakuummantel ausreicht, die Vorgänge in der Apparatur verfolgen. Der zuletzt erwähnte Vorteil entfällt bei langen Kolonnen und bei Kolonnen zur Destillation von Gemischen, deren Siedepunkte mehr als 100° von der Zimmertemperatur abweichen, da diese noch zusätzlich isoliert werden müssen. Die Handhabung langer Trennsäulen aus Glas hat, besonders wenn sie mit größeren Einsatzmengen beschickt werden, sehr vorsichtig zu geschehen und ist damit umständlich. Man baut deshalb solche Kolonnen besser aus Metall, zumal da wegen der zusätzlichen Isolation die Vorgänge in der Trennsäule doch nicht beobachtet werden können. Die Art des Metalls richtet sich nach dem Verwendungszweck der Destillationsapparatur. Ganz aus Glas lassen sich von den wirksamen Kolonnen für präparative Zwecke übrigens auch nur die Bodenkolonnen herstellen. Wie schon vorher erwähnt worden ist, sind bei dem heutigen Entwicklungsstande die wirksamsten Füllkörper für Laboratoriumskolonnen, z. B. die Braunschweiger Wendeln²²⁸) oder die Raschigringe aus Maschendrahtnetz nach *Sigwart*²²⁹) aus Metall. Auch die Kolonnen mit rotierenden Einsätzen²³⁰) und die Kolonnen mit Drahteinbauten²³¹) können bisher nur unter Verwendung von Metall hergestellt werden. Die Korrosionsgefahr ist also bei den oben erwähnten Bodenkolonnen am kleinsten. Zur wirksamen Trennung aggressiver Flüssigkeitsgemische kommen demnach vor allem Bodenkolonnen in Betracht.

Mikrodestillation. Da bei Mikrodestillationen schon die Ausgangsmenge gering ist, muß der Arbeitsinhalt der Apparatur besonders klein sein. Zweckmäßigerweise unterscheidet man zwischen Mikro- und Halbmikrokolonnen. Während in den Halbmikrokolonnen Mengen von 5 bis 10 cm³ verarbeitet werden, befaßt sich die eigentliche Mikrodestillation mit noch geringeren Flüssigkeitsmengen. Bei Einsatzmengen unter 1 cm³ ist der Einbau wirksamer Füllungen nicht mehr möglich. Will man hier befriedigende Ergebnisse erzielen, so muß man mit äußerst langsamem Rücklauf- und Destillationsgeschwindigkeiten arbeiten. Bei den kleinsten Mengen erschöpft sich der Trenneffekt in ganz wenigen theoretischen Böden. Die Kriterien der Mikrodestillation sind: geringer Kolonneninhalt und geringe Rücklauf- sowie noch langsamere Destillationsgeschwindigkeiten.

²¹⁸⁾ Siehe Anm. 127.

²¹⁹⁾ Siehe Anm. 41 und 118.

²²⁰⁾ Siehe Anm. 130/33.

²²¹⁾ Siehe Anm. 41.

²²²⁾ Siehe Anm. 104 und 105.

²²³⁾ Siehe Anm. 106 und 107.

²²⁴⁾ Siehe Anm. 142/50 und *W. Jost* im RWA-Bericht über analyt. u. präp. Feintrennung von Kohlenwasserstoffgemischen Berlin 1940 S. 89/91 sowie *Ch. B. Willinghant, V. A. Sedtan, F. D. Rossini u. I. W. Weatherby*, Ind. Engng. Chem., ind. Edit. 39, 706/12 [1947].

²²⁵⁾ Siehe Anm. 104/08.

²²⁶⁾ Siehe Anm. 108.

²²⁷⁾ Siehe Anm. 36/42.

²²⁸⁾ Siehe Anm. 16, 18 und 22.

²²⁹⁾ Siehe Anm. 27, S. 7/8.

²³⁰⁾ Siehe Anm. 78.

²³¹⁾ Siehe Anm. 102.

Die Kolonnen mit rotierendem Band nach *Lesesne* und *Lochte*²³²) sowie *Koch, Hilberath* und *Weinrotter*²³³), Bild 37, sind für Halbmikrozwecke hervorragend geeignet. Sie erfordern eine genaue Wartung. Auch die Spiralfüllung nach *Podbielnik*²³⁴) läßt sich hierfür verwenden, erreicht allerdings nicht die Wirksamkeit der rotierenden Kolonnen. Eine sehr wirksame Kolonne zur Destillation geringer Mengen ist von *Craig*²³⁵) angegeben worden, Bild 4. Die Destillatabnahme hat eine besondere Ausgestaltung erfahren. Sie bereitet bei den Mikrokolonnen die größten Schwierigkeiten. Meist wird das Destillat mit einer Mikropipette entnommen. Dadurch wird aber das Gleichgewicht in der Kolonne gestört.

Da die Trennschärfe der Mikrokolonnen nicht sehr groß ist, werden die Trennungen häufig bei Unterdruck ausgeführt. Solche Mikrokolonnen dürfen dem aufsteigenden Dampf praktisch keinen Widerstand entgegensetzen. Für diesen Zweck werden *Vigreux*-Kolonnen²³⁶⁻²⁴²) vorgeschlagen oder Kolonnen, die eine Glasspirale als Füllkörper²⁴³⁻²⁴⁶) enthalten bzw. ungefüllt sind²⁴⁶). Die Wirksamkeit dieser Kolonnen darf nicht zu hoch eingeschätzt werden. Sie wird kaum mehr als 2 bis 5 theoretischen Böden entsprechen. In Bild 59 bis 61 sind die Mikrokolonnen nach *Weston*²³⁹), *Shrader* und *Ritter*²³⁶) und nach *Klenk*²⁴³⁻²⁴⁶) dargestellt. Für noch

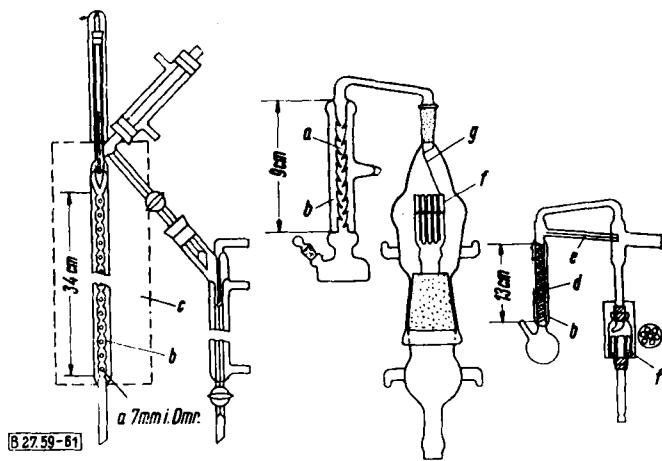


Bild 59 bis 61

Kolonnen zur Mikrodestillation

Bild 59 (links) Kolonne nach Weston

Bild 60 (Mitte) Kolonne nach Shrader und Ritter

Bild 61 (rechts) Kolonne nach Klenk

a Trennsäule
b Vakuummantel
c Isolation
d Spirale aus Glas
e Platindraht
f Vorlagegefäß
g Glasfaden

geringere Mengen eignen sich neben anderen Konstruktionen²⁴⁶⁻²⁴⁹) die Modelle von *O. von Elbe* und *Scott*²⁵⁰) oder von *Morton* und *Mahoney*²⁵¹). Auf eine nähere Beschreibung der beiden in Bild 62 und 63 wiedergegebenen Apparate nach *Elbe* und *Morton* muß hier verzichtet werden²⁵²).

Kontinuierliche Destillation. Während in der Technik vor allem kontinuierliche Destillationsaggregate benutzt werden, herrscht im Laboratorium heute die Blasendestillation vor. Die kontinuierliche Arbeitsweise ist der diskontinuierlichen auch im Laboratorium besonders aus drei Gründen überlegen:

I. Bei kontinuierlicher Arbeitsweise wird die in die Kolonne eintretende Flüssigkeitsmenge nur während einer kurzen

²²²⁾ Siehe Anm. 148.

²²³⁾ Siehe Anm. 149.

²²⁴⁾ Siehe Anm. 197.

²²⁵⁾ Siehe Anm. 22.

²²⁶⁾ S. A. Shrader u. J. E. Ritter, Ind. Engng. Chem., analyt. Ediz. 11, 54/55 [1939].

²²⁷⁾ J. W. Young, Mikrochem. 21, 133/34 [1937].

²²⁸⁾ B. L. Clarke u. H. W. Hermance, Mikrochem. 18, 289/98 [1935].

²²⁹⁾ P. E. Weston, Ind. Engng. Chem., analyt. Ediz. 5, 179/80 [1933].

²³⁰⁾ Ch. B. De Witt, J. Lab. clin. Med. 17, 199/200 [1931].

²³¹⁾ C. M. Cooper u. E. V. Fosse, Ind. Engng. Chem., ind. Ediz. 20, 420/21 [1928].

²³²⁾ P. Groß u. A. H. Wright, Ind. Engng. Chem., ind. Ediz. 11, 701/03 [1921].

²³³⁾ E. Klenk, Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. 242, 250/52 [1936].

²³⁴⁾ E. Klenk u. K. Schuwirth, Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. 267, 260/63 [1941].

²³⁵⁾ K. Schuwirth, Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. 277, 147/58 [1943].

²³⁶⁾ L. V. Peckes, Mikrochem. 18, 100/02 [1935].

²³⁷⁾ A. O. Benedetti-Pichler u. J. A. Rachete, Mikrochem. 19, 1/5 [1935]; weitere Arbeiten siehe Lit. S. 116.

²³⁸⁾ A. O. Gettler u. J. Fine, Ind. Engng. Chem., analyt. Ediz. 11, 469/70 [1939].

²³⁹⁾ A. O. Gettler, Ind. Engng. Chem., analyt. Ediz. 11, 559 [1939].

²⁴⁰⁾ G. von Elbe u. B. Scott, Ind. Engng. Chem., analyt. Ediz. 10, 284/86 [1938].

²⁴¹⁾ A. A. Morton u. J. F. Mahoney, Ind. Engng. Chem., analyt. Ediz. 13, 494/98 [1941].

²⁴²⁾ Über Mikrodestillation siehe auch Lit. S. 115/18. Verschiedene der erwähnten Apparate zur Mikrodestillation sind auch in den folgenden Arbeiten beschrieben worden:

²⁴³⁾ A. Dardieu u. H. Kopper, Diese Ztschr. A 54, 367/72 [1937].

²⁴⁴⁾ E. Pfeil, Diese Ztschr. A 54, 161/67 [1941].

²⁴⁵⁾ K. Bernhauer, siehe Anm. 55, S. 98ff.

²⁴⁶⁾ C. Weygand: Organisch chemische Experimentierkunst. Verlag Barth, Leipzig 1938, S. 97ff.

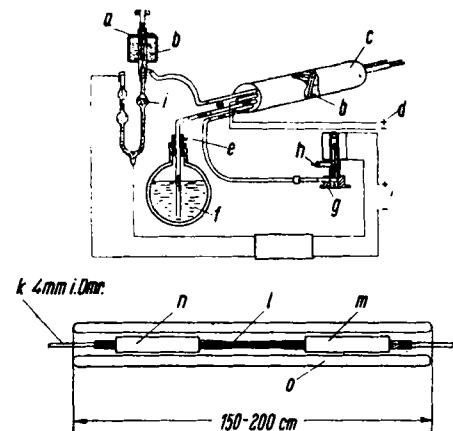


Bild 62

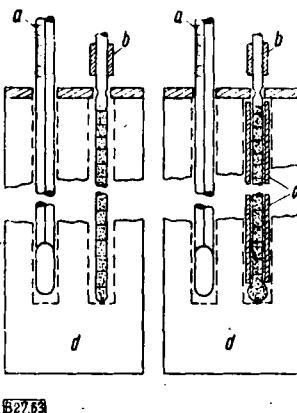
Hochvakuum-Mikro-Trennvorrichtung von Elbe und Scott
Oben: Anordnung zur thermostatischen Überwachung der Heizung bzw. Kühlung
Unten: Schematische Darstellung der Destillationsapparatur
Zu Bild 62:
 a Vorratsbehälter mit Regulierventil für Toluol
 b Toluol
 c Heiz- bzw. Kühlelement, das mit Toluol b eingereguliert wird
 d Heizungsstromkreis
 e Lüftung zum Druckausgleich mit der Atmosphäre
 f Flüssiger Stickstoff
 g Magnethisches Ventil zur Regulierung des Stickstoffstromes aus f
 h Austritt des verdampften Stickstoffs in die Atmosphäre
 i Kontaktmanometer zur Steuerung des Ventils g
 k Destillationsrohr aus Glas, 4 mm Durchmesser, 1,5 bis 2 m lang
 l Kupferrohr mit Beobachtungsschlitz
 m Heizelement
 n Kühlelement
 o Vakuummantel

Zeitspanne in einem Röhrensystem der zum Verdampfen erforderlichen höheren Temperatur ausgesetzt, so daß die Möglichkeit zur thermischen Zersetzung oder Umwandlung hier sehr viel weniger gegeben ist als bei der Blasendestillation.

2. Man erhält als Ablauf und als Destillat Flüssigkeiten, deren Konzentrationen sich während der Destillation solange nicht verändern, wie die Kolonne gleichmäßig gefahren wird. Man braucht also die Vorlage nicht zu wechseln.
3. Der Wärmebedarf ist bei kontinuierlicher Destillation erheblich geringer als bei absatzweiser Arbeitsweise.

Während die Wärmeersparnis bei den Destillationen im Laboratorium kaum ins Gewicht fällt, bieten die beiden ersten Punkte auch für die Laboratoriumsdestillation so beachtliche Vorteile, daß man sich fragen muß, weshalb diese bisher nicht ausgenutzt worden sind. Den Hauptgrund erblicken wir darin, daß eine Apparatur für kontinuierliche Arbeitsweise im Aufbau erheblich komplizierter ist und eine sehr viel genauere Berechnung und Wartung erfordert als die Apparaturen zur Blasendestillation. Hierzu sind recht spezielle Kenntnisse über den Destillationsvorgang erforderlich. Zur völligen Auftrennung eines Vielstoffgemisches mit *n*-Bestandteilen werden bei kontinuierlicher Arbeitsweise *n*-1 Kolonnen gebraucht. Will man die Trennung in einer Kolonne mit Seitenabläufen durchführen²⁵⁸⁾, wie dies in der Erdölindustrie üblich ist, so benötigt man für jeden Seitenablauf, d. h. für jedes zusätzliche Erzeugnis, außer für Destillat und Ablauf, eine sog. Abstreifkolonne. Für jede dieser Kolonnen ist ein besonderer Regelmechanismus erforderlich. In der Technik macht die Überwachung einer solchen Apparatur bereits größere Schwierigkeiten, obwohl hier die Regeltechnik einen hohen Entwicklungsstand erreicht hat²⁵⁴⁻²⁵⁸⁾. Da im Kleinen Betriebsschwankungen und Störungen häufiger vorkommen und sehr viel größere Wirkungen auslösen, verbietet sich bislang im Laboratorium die kontinuierliche Destillation von Gemischen mit mehr als zwei Komponenten, zumal die Regelung von Laboratoriumskolonnen noch in den Kinderschuhen steckt²⁵⁹⁾.

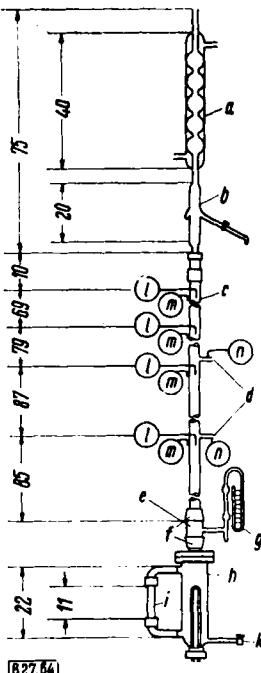
²⁵³⁾ W. Fischer, Z. Ver. dtsh. Ing., Beih. Verfahrenstechn. 1939, 133/34.
²⁵⁴⁾ F. V. A. Engel, Z. Ver. dtsh. Ing., Beih. Verfahrenstechn. 1943, 99/110.
²⁵⁵⁾ F. V. A. Engel u. R. C. Oldenbourg: Mittelbare Regler und Regelanlagen. Grundlagen, Aufbau und Anwendung, VDI-Verlag, Berlin 1944, 252 S.
²⁵⁶⁾ R. C. Oldenbourg u. F. V. A. Engel: Der heutige Stand der Regelungstechnik. Beih. Z. Ver. dtsh. Chemiker, Berlin 1945. Auszug: Diese Ztschr. 17, 73/75 [1944].
²⁵⁷⁾ R. C. Oldenbourg u. H. Sartorius: Dynamik selbsttätiger Regelungen. Verlag von R. Oldenbourg, München und Berlin 1944.
²⁵⁸⁾ Siehe auch Lit. S. 48/50.
²⁵⁹⁾ Siehe Lit. S. 53/54.

Bild 63
Mikrodestillationsvorrichtung nach Morton und Mahoney

a Thermometer
 b Destillations-Kapillaren
 c Isolationsmantel
 d Kupferblock

e Trägersieb für die Füllkörper
 f Dampfdom, 5,08 cm Durchmesser
 g Manometer (6-mm-Rohr) zur Messung des Druckabfalls und damit der Dampfgeschwindigkeit in der Kolonne
 h Ablaufbehälter mit Vorrichtung zur Heizung d. Kolonnenumpfes (6,35 cm Durchmesser)
 i Schauglas (1,3 cm Durchmesser)
 k Ablaufventil

Zu Bild 64
 a Kühler aus Pyrexglas
 b Kolonnenauflauf mit Destillationsabnahmeverrichtung aus Pyrexglas
 c Kolonnenrohr, 2 Siederöhrer von je 2,54 cm Durchmesser und 160 cm Länge, durch Gewinde miteinander verbunden
 d Zulaufvorrichtungen (Benutzung nach Wahl)
 e Trägersieb für die Füllkörper
 f Dampfdom, 5,08 cm Durchmesser
 g Manometer (6-mm-Rohr) zur Messung des Druckabfalls und damit der Dampfgeschwindigkeit in der Kolonne
 h Ablaufbehälter mit Vorrichtung zur Heizung d. Kolonnenumpfes (6,35 cm Durchmesser)
 i Schauglas (1,3 cm Durchmesser)
 k Ablaufventil
 l Thermoelemente zur Messung der Kolonnenentemperatur
 m Thermoelemente zur Messung der Manteltemperatur
 n Thermoelemente zur Messung der Temperatur des Zulaufs

Zu Bild 64 (rechts nebenstehend)
Destillationskolonne für kontinuierlichen Betrieb nach Hufford u. Krantz

Die bisher vorgeschlagenen Apparate von Dufton²⁶⁰⁾, Rall und Smith²⁶¹⁾, Schertz²⁶²⁾ sowie anderen²⁶³⁾ haben den Entwicklungsstand der Kolonnen zur Blasendestillation nicht erreicht. Erst in neuester Zeit ist von Hufford und Krantz²⁶⁴⁾ eine Laboratoriumsanlage zur kontinuierlichen Destillation beschrieben worden, die auch den neuesten Anforderungen gerecht wird. Die Anlage des Bildes 64 besteht aus der Kolonne, dem Kolonnenkopf, der Abnahme- und Aufheizvorrichtung für den Ablauf (Sumpf), Bild 69, und aus der Apparatur zur Zuführung und Aufheizung des Destillationsgutes, Bild 65 bis 67.

Die Speisung der Kolonne geschieht nach Bild 65 durch Einpressen des Rohgutes mittels Druckluft von 10 at, über das Ventil e und den Strömungsmesser f in die Heizzone. Die Aufheizung erfolgt in einem 3 m langen Rohr von 6,3 mm Durchmesser, das zu einer Wendel gewunden ist. Diese Wendel ist nach einem einfachen Verfahren in einen Aluminiumblock eingegossen, der mit Heizdraht und Isolierung umgeben ist, Bild 66 und 67. Die Trennsäule (Verstärkungs- und Abtriebsäule) ist 320 cm lang und hat 25 mm Durchmesser. Die Speisung kann durch zwei Zuführungen d, Bild 64, erfolgen. Zur Betriebsüberwachung der Säule dienen 6 Thermoelemente. Die Säule wird mit eingängigen Nickelwendeln²⁶⁵⁾ von 2,4 mm Durchmesser gefüllt. Die Füllkörper werden in der Säule von einem Drahtsieb gehalten. Unterhalb des Siebes ist die Säule erweitert. Dieser Kolonnteil dient als Dampfdom; hier soll sich der aufsteigende Dampf von der mitgerissenen Flüssigkeit trennen. Die Trennsäule ist nach Bild 68 und 69 von zwei elektrischen Heizungen und zwei Isolierschichten umgeben.

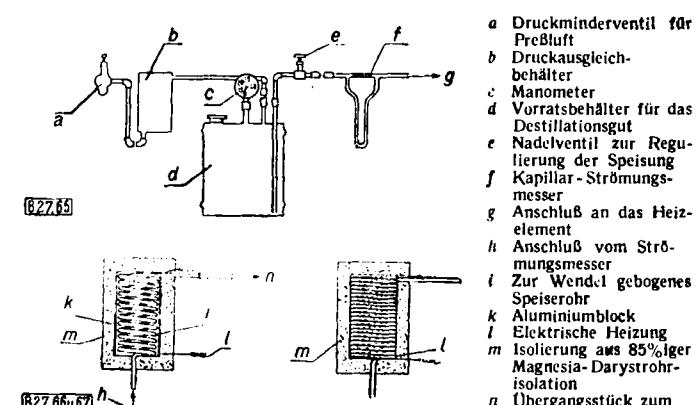


Bild 65 bis 67

Vorrichtung zur kontinuierlichen Speisung der Kolonne nach Hufford und Krantz
Bild 65 (oben): Vorrichtung zur kontinuierlichen Flüssigkeitszuführung mit Preßluft
Bild 66 (unten links): Vorrichtung zur kontinuierlichen Aufheizung
Bild 67 (unten rechts): Vorrichtung zur kontinuierlichen Aufheizung

²⁶⁰⁾ A. F. Dufton, J. chem. Soc. (London) 1919, II, 1988/94 [1919], 227, I, 306/08 [1922].
²⁶¹⁾ H. T. Rall u. H. M. Smith, Ind. Engng. Chem., analyt. Edit. 6, 373/74 [1934].
²⁶²⁾ F. M. Schertz, Ind. Engng. Chem., analyt. Edit. 7, 441 [1935].
²⁶³⁾ Siehe Lit. S. 114/15.
²⁶⁴⁾ R. W. Hufford u. H. A. Krantz, Ind. Engng. Chem., ind. Edit. 33, 1455/59 [1941].
²⁶⁵⁾ Siehe Anm. 90 u. 91.

Die Heizwicklungen bestehen aus je drei getrennt regelbaren Abschnitten. Die auf das Säulenrohr zunächst aufgebrachten drei Wicklungen dienen der Aufheizung der Kolonne vor dem Versuch. Mit der äußeren Heizwicklung zusammen werden in der Höhe der oben erwähnten Temperaturmeßstellen Thermoelemente eingebaut, bevor man die zweite Isolationsschicht aufbringt. An den Dampf-

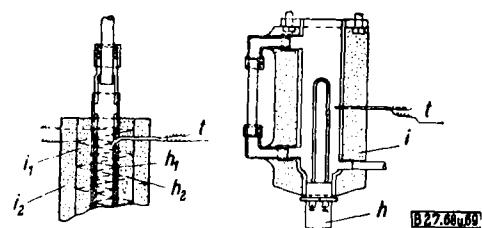


Bild 68 und 69

Einzelheiten zur kontinuierlich arbeitenden Kolonne nach *Hufferd und Krantz*
Bild 68 (links) Schnitt durch das obere Ende der Trennsäule
Bild 69 (rechts) Vorrichtung zur Aufheizung und Abnahme des Kolonnensumpfes

- h₁ Innere Heizwicklung zur Aufheizung, die auf das von einem dünnen Asbestgewebe umgebene Rohr gewickelt worden ist
- h₂ Äußere Heizwicklung zur Temperierung des Kolonnenrohres während der Destillation
- i₁ Isolierung (2,5 cm dick) zwischen beiden Heizwicklungen
- i₂ Äußere Isolierung (2,5 cm dick)
- t Thermoelement
- h Elektrische Tauchsiederheizung für den Kolonnensumpf
- i Isolierung

dom schließt sich nach unten hin die Aufheizvorrichtung für den Ablauf an, Bild 69. Dieser Teil des Apparats wird mit dem unteren Produktküller verbunden. Der Kolonnenaufsatz besteht aus Glas, während die gesamte übrige Apparatur aus Metall hergestellt ist. Das Anfahren der Kolonne dauert etwa 2 Stunden; hierzu muß sich die Trennsäule bereits auf der richtigen Temperatur befinden. Dann kann das Destillationsgut bei der vorher ermittelten Temperatur und Geschwindigkeit zugeführt werden. Sobald sich im Ablaufbehälter, Bild 69, unten Flüssigkeit ansammelt, wird auch hier die volle Heizung eingestellt. Die innere Säulenheizung wird abgeschaltet, wenn sich im Kolonnenkopf Rücklauf gebildet hat. Abtrieb- und Anreicherungssäule gestalten zusammen einen Durchsatz von 1000 cm³/h. Die Wirksamkeit der Gesamtapparatur wird mit 52—56 theoretischen Böden angegeben.

Destillationsverfahren

Durch Druck, Temperatur und Volumen der Destillation werden die äußeren Bedingungen festgelegt, unter denen das spezielle Destillationsverfahren zur Anwendung kommen soll. Der Destillationsvorgang kann unter den genannten Bedingungen in verschiedener Weise durchgeführt werden. Einmal läßt sich die Destillation mit oder ohne Trägerdampf vornehmen und zum andern kann man vor der Destillation eine oder mehrere Komponenten zusetzen, die mit den Bestandteilen des zu trennenden Destillationsgutes ausgezeichnete Gemische bilden. Durch den Zusatz werden die Phasengleichgewichtsverhältnisse grundlegend verändert. Werden beide Möglichkeiten miteinander kombiniert, so ergeben sich vier voneinander grundsätzlich verschiedene Destillationsverfahren:

1. Destillationsverfahren ohne Verwendung von Trägerdampf.
 - a) Ohne Zusatz von Komponenten:
Gleichgewichtsverhältnisse des Gemisches werden nicht beeinflußt: Normale Destillation.
 - b) Mit Zusatz von Komponenten, die die Gleichgewichtsverhältnisse grundsätzlich verändern: Azeotrope Destillation und extraktive Destillation.
2. Destillationsverfahren unter Verwendung von Trägerdampf.
 - a) Ohne Zusatz von Komponenten.
Dampfdestillation (sofern Wasserdampf als Trägerdampf verwendet wird: Wasserdampfdestillation).
 - b) Mit Zusatz von Komponenten, die die Gleichgewichtslage grundsätzlich verändern: Azeotrope Dampfdestillation und extraktive Dampfdestillation.

Von diesen vier Möglichkeiten werden in der Laboratoriumstechnik eigentlich erst zwei ausgenutzt, nämlich die normale Kolonnendestillation 1a) und die gewöhnliche Dampfdestillation 2a) — vornehmlich Wasserdampfdestillation —, während schon die gewöhnliche Dampfdestillation in Kolonnen im Laboratorium nicht gebräuchlich ist.

Azeotrope Destillation und Dampfdestillation sind grundsätzlich verschiedene Trennverfahren. Beide nutzen die Selektivität bestimmter Stoffgemische. In dieser Hinsicht ergeben sich enge Beziehungen zur Extraktion.

Ebenso wie die kontinuierliche so hat auch die azeotrope und extractive Destillation bisher nur wenig Verwendung im Laboratorium gefunden. In der Technik bedient man sich dieser Methode schon seit langem zur Auftrennung gewisser schwer trennbarer Gemische wie z.B. Alkohol-Wasser²⁶⁶⁻²⁶⁹). Für die Anwendung dieses Verfahrens in der Technik war bisher in erster Linie die Wirtschaftlichkeit entscheidend, auf die im Laboratorium weniger geachtet zu werden braucht. Dies wurde anders, als durch die intensive Entwicklung der aliphatischen Chemie ein starkes Bedürfnis nach speziellen Trennmethoden für homologe Stoffe entstand. Zur Lösung solcher Probleme kann man die Dampfdestillation, die azeotrope Destillation²⁷⁰⁻²⁷⁸), die extractive Destillation^{278a-278b}) und auch die Extraktion mit selektiven Lösungsmitteln heranziehen. Die erfolgreiche Anwendung dieser Verfahren verlangt große Erfahrung. Wenn die Extraktion im organischen Laboratorium dennoch zu einem Standardtrennverfahren geworden ist, so deshalb, weil sich die meisten Stoffe mit einem der bekannten organischen Lösungsmittel leicht extrahieren lassen. Hierbei verzichtet man unbewußt auf maximale Ausbeuten. Die Kenntnisse über die Bildung und Trennung azeotroper Gemische sind in theoretischer und besonders in praktischer Hinsicht meist noch geringer als die über die gegenseitige Löslichkeit. Auf dem Gebiete der Extraktion kommt der Chemiker im allgemeinen nicht über den Scheidetrichter hinaus. Verteilungssäulen und Verteilungsbatterien sind ihm häufig unbekannte Begriffe²⁷⁹). So darf man sich nicht wundern, daß Apparaturen und Verfahren zur azeotropen Destillation im Laboratorium praktisch unbekannt sind. Das gleiche gilt auch für die Wasserdampfdestillation in Kolonnen. Selbst die theoretischen Grundlagen bedürfen noch einer weiteren Bearbeitung, obwohl bereits L. Gurwitsch²⁸⁰) und C. v. Rechenberg eine Fülle von Anregungen vor mehr als zwanzig Jahren zu diesem Problem gegeben haben. Auch die Anwendung dieses Verfahrens bietet im Laboratorium ebenso wie in der Technik große Vorteile.

Für die normale Destillation ohne Trägerdampf und ohne Zusatzkomponente ist keine besondere Apparatur erforderlich, so daß die in den vorhergehenden Abschnitten angegebenen Vorrichtungen unter Berücksichtigung der Destillationsbedingungen Druck, Temperatur und Volumen Verwendung finden können. Dagegen sind für die Destillation mit Trägerdampf und für die azeotrope sowie extractive Destillation in Kolonnen Zusatzeinrichtungen notwendig. Bei beiden Trennverfahren bilden sich im Destillat häufig mehrere flüssige Phasen aus. Der Kolonnenaufsatz muß deshalb so eingerichtet sein, daß man die einzelnen Phasen getrennt abnehmen und beliebig als Destillat und Rücklauf verwenden kann. Obgleich sich grundsätzlich jeder Kolonnenaufsatz für diesen Zweck herrichten läßt, sind in der Literatur bisher nur zwei Ausführungsformen von *Groll*²⁸¹) und von *Dierich-Eisenlohr*²⁸²) angegeben worden. Sie sind in Bild

²⁶⁶) Siehe Ann. 5.

²⁶⁷) Siehe Ann. 6.

²⁶⁸) J. Reilly: Destillation. Verlag Methuen & Co., London 1936, S. 69/74.

²⁶⁹) M. Klar: Fabrikation von absolutem Alkohol zwecks Verwendung als Zusatzmittel zu Motor-Treibstoffen. Monographie über Chemisch-Technische Fabrikations-Methoden, Bd. LVII; Verlag W. Knapp, Halle (Saale) 1937, 2. Aufl. Die Schrift enthält eine ausführliche Literatur- und Patentzusammenstellung über azeotrope Destillation.

²⁷⁰) D. P. Othmer, Ind. Engng. Chem., ind. Edit. 27, 250/55 [1935]; Chem. metallurg. Engng. 48, 91/94 [1941].

²⁷¹) D. P. Othmer, R. E. White u. E. Trueger: Ind. Engng. Chem., ind. Edit. 33, 1240/48 [1941].

²⁷²) S. T. Schicklitz, J. Res. nat. Bur. Standards 28, 129/36 [1937].

²⁷³) M. P. Matuszak u. F. E. Frey, Ind. Engng. Chem., analyt. Edt. 9, 11/15 [1937].

²⁷⁴) B. J. Mair, A. R. Glasgow jr. u. F. D. Rossini: J. Res. nat. Bur. Standards 27, 39/63 [1941]; Oil Gas J. 39, Nr. 27, 159, 219 [1940]; Wld. Petrol. 22, Nr. 12, 55 [1940]; Refiner natur. Gasoline Manufactur 19, 438/41 [1940].

²⁷⁵) D. B. Keyes, Ind. Engng. Chem., ind. Edit. 35, 1019/21 [1941].

²⁷⁶) J. D. White, P. W. Rose Jr., J. Res. nat. Bur. Standards 27, 943/54 [1936], 21, 151/65, 167/84 [1938].

²⁷⁷) A. R. Glasgow, J. Res. nat. Bur. Standards 24, 509/29 [1940].

²⁷⁸) S. Lit. S. 130/33.

²⁷⁹) J. Griswold u. R. H. Bowden: Ind. Engng. Chem., ind. Edit. 38, 509/12 [1946].

²⁸⁰) J. Griswold, D. Andres, C. F. van Berg, I. E. Kasch: Ind. Engng. Chem., ind. Edit. 38, 65/70 [1946].

²⁸¹) I. Griswold, C. F. van Berg, Ind. Engng. Chem., ind. Edit. 38, 170/77 [1946].

²⁸²) W. Jost, Z. Naturforsch. 1, 576/80 [1946].

²⁸³) Siehe Ann. 4, S. 81ff.

²⁸⁴) L. Gurwitsch: Wissenschaftl. Grundlagen der Erdölverarbeitung, 2. Aufl. Springer, Berlin 1924, S. 195/202.

²⁸⁵) C. v. Rechenberg: Einfache und fraktionierte Destillation in Theorie und Praxis. L. Staackmann, Leipzig 1923, S. 369/452.

²⁸⁶) Von neueren Arbeiten siehe vor allem: K. Thormann, Diese Ztschr. 13, 3/9 [1940].

²⁸⁷) N. Schoorl: Chem. Werkbl. 39, 194/98 [1942]; Recueil. Trav. chim. Pays.-Bas 62, 341/79 [1943].

²⁸⁸) H. Groll, Mitt. in der Arbeitsgemeinschaft „Feintrennung von Kohlenwasserstoffen“, April 1940.

²⁸⁹) Wir sind Herrn Dr. H. Eisenlohr von der Firma Lurgi, Gesellschaft für Wärmetechnik m. b. H., in Frankfurt a. M. zu Dank verpflichtet, den Kolonnenaufsatzt erstmalig veröffentlichen zu dürfen.

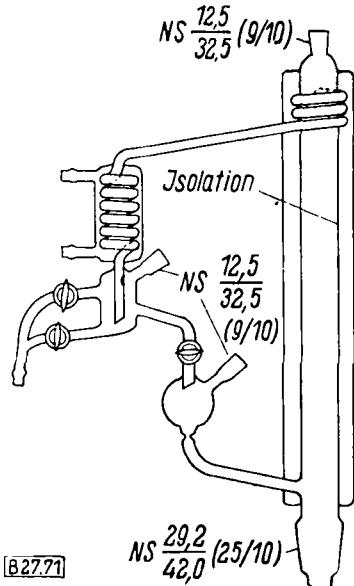
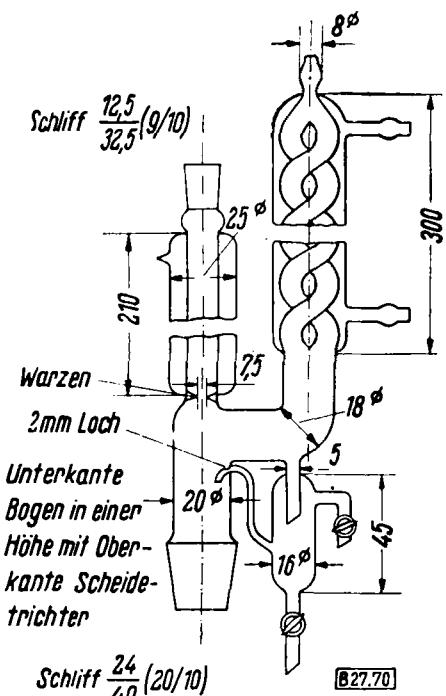


Bild 71
Kolonnaufzett mit Phasentrennung nach
Dierich und Eisenthal
Bild 70 (links)
Aufzett mit Phasentrennung nach Groll

70 und 71 dargestellt. Während die azeotrope und extractive Destillation nur bei kontinuierlicher Arbeitsweise Zugabevorrichtungen für den Zusatzstoff erfordern, sind für die Dampfdestillation auch bei absatzweisem Betrieb besondere Entwicklungs-, Einleitungs- und Verteilungsvorrichtungen nötig. Da diese Vorrichtungen die gleichen sind, die man auch für die gewöhnliche einfache Dampfdestillation benötigt, und außerdem auch die Wasserdampfdestillation ohne Kolonnen im Laboratorium weit verbreitet ist, bedürfen diese Vorrichtungen keiner weiteren Erläuterung²⁸³⁻²⁸⁶.

- ²⁸³) J. Reilly: Distillation. Methuen & Co, London 1936, S. 95/102.
- ²⁸⁴) K. Bernhauer: Einführung in die organisch-chemische Laboratoriumstechnik. Springer, Wien 1944, S. 146/51.
- ²⁸⁵) C. Weygand: Organisch-chemische Experimenterkunst, Barth, Leipzig 1938, S. 97/114.
- ²⁸⁶) A. A. Morton: Laboratory technique in organic chemistry. Mc. Graw Hill, New York und London 1938, S. 124 ff.

und des Verfahrens grundsätzliche Hinweise auch für kommende Entwicklungen auf dem Destillationsgebiet geben. Nicht oder nur am Rande konnten wir auf Fragen eingehen, die mit der Fahrweise der Kolonne, der Regelung und Automatisierung zusammenhängen, deren grundsätzliche Bedeutung gerade für die Laboratoriumsdestillation besonders hervorgehoben werden soll. Durch das gegebene Ordnungsschema wird man auch für kommende Aufgaben die geeigneten Apparaturen zusammenstellen können. Während jede neue Fragestellung natürlich besondere Lösungen erforderlich macht, sind durch den Druck-, Temperatur- und Volumenbereich sowie die Verfahrensart Anknüpfungspunkte an bisher bekannte Konstruktionen gegeben, die sich auswerten lassen. Diese Beziehungen aufzuzeigen, war mit das Ziel der vorliegenden Arbeit.

Eingeg. 1. Febr. 1945 [B 27 III]

Ausblick

Um einen Überblick über die Kolonnen zur Laboratoriumsdestillation zu bringen, wurde versucht, die typischen Merkmale konstruktiver und verfahrenstechnischer Art herauszuarbeiten. Wir mußten uns darauf beschränken, aus der Vielzahl der in der Literatur beschriebenen Kolonnen einige wenige Beispiele anzuführen. Wenn hierbei das amerikanische Schrifttum besonders stark berücksichtigt worden ist, so liegt das einmal an der intensiven Entwicklung der Destillationstechnik in den Vereinigten Staaten, die letzten Endes mit dem Reichtum des Landes an Erdöl zusammenhängt; zum andern aber ist die bevorzugte Bezugnahme auf fremdländische Literatur dadurch begründet, daß die zum Teil vorzüglichen Modelle deutscher Industrielaboreien der Öffentlichkeit meist unbekannt geblieben sind.

Wir glauben, daß die Herausarbeitung allgemeiner Gesichtspunkte wesentlicher ist, als die spezielle Kenntnis sämtlicher apparativer Einzelheiten. Aus diesem Grunde dürfen besonders die im zweiten Teil behandelten Fragen des Druckes, der Temperatur des Volumens

Nomographische Bestimmung von Bodenzahlen und Austauschzahlen in Destillationskolonnen für beliebiges Rücklaufverhältnis

Von Dipl.-Phys. WALTRAUD SCHÄFER, Helmstedt

Mitteilung aus dem Laboratorium für chemische Verfahrenstechnik Dr. H. STAGE, Helmstedt

Die bisher bekannt gewordenen Verfahren zur Bestimmung der Anzahl der theoretischen Böden in Bodenkolonnen bzw. der Austauscheinheiten in Füllkörperkolonnen sind in der praktischen Anwendung für den Chemiker und Techniker im allgemeinen zeitraubend und umständlich. Hier wird von einem Verfahren berichtet, das die Boden- und Austauschzahlen aus Nomogrammen bzw. Diagrammen bei hoher Genauigkeit sofort abzulesen gestattet.

Die wichtigste Kenngröße für den Betrieb von Destillationskolonnen ist die Anzahl n der sog. theoretischen Böden bei Bodenkolonnen bzw. Austauscheinheiten bei Füllkörperkolonnen. Unter einem theoretischen Boden soll dabei eine solche Kolonneneinheit verstanden werden, bei welcher der von einer darunter liegenden Einheit (Boden) aufsteigende Dampf sich mit der von der darüber liegenden Einheit (Boden) herabfließenden Flüssigkeit ins thermodynamische Gleichgewicht setzt¹⁾; eine Austauscheinheit ist diejenige Länge einer Füllkörpersäule, die — definitionsgemäß nur im Falle der Parallelität von Gleichgewichtskurve und Verstärkungsgerade (= Betriebslinie der Destillationskolonne) über diese Länge²⁾ — erforderlich wäre, den gleichen Vorgang wie ein theoretischer Boden zu bewirken. Da im allgemeinen Gleichgewichtskurve und Verstärkungsgerade keinesfalls parallel zueinander liegen, ist die Anzahl n_B der theoretischen Böden („Bodenzahl“) von der Anzahl n_A der Aus-

¹⁾ Es ist hierbei jedoch zu beachten, daß der Wirkungsgrad der technischen Böden sich zuweilen um einen von 1 unterschiedlichen „Verstärkungsfaktor“ von dem Wirkungsgrad der theoretischen Böden unterscheidet.
²⁾ Vgl. a. T. H. Chilton u. A. P. Colburn, Industr. Engng. Chem., Ind. Edit. 27, 255/60 [1935].

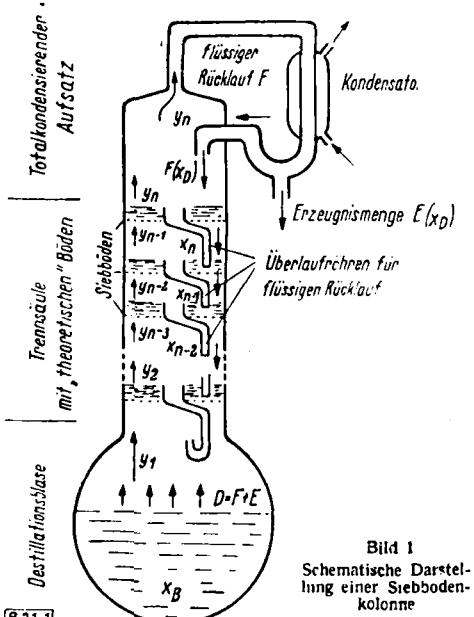


Bild 1
Schematische Darstellung einer Siebbodenkolonne