

2744 - 30/5.05 - 10

Arbeitsgemeinschaft der
Verbraucher und Hersteller von
Laborkolonnen für Feindestillation.

Postgang
15.12.1942
Erh.

Isuna, am 10.12.42

An

Steinkohlenbergwerk Rheinpreußen
Treibstoffwerk

H o m b e r g

Niederrhein

z.Hd.Herrn Dr. E. Koch

Betr.: Laborkolonnen für Feindestillation.

Hiermit übersenden wir Ihnen die nun endlich fertig gewordene Niederschrift unserer Arbeitstagung vom Mai dieses Jahres, an der Ihr Herr Dr. E.Koch, teilgenommen hat.

Die auf der Tagung gehaltenen Vorträge sind aus Zwecken der Übersichtlichkeit inhaltlich streng auf das Thema der Tagung hin gegliedert worden, womit gleichzeitig versucht wurde, eine Charakteristik der besprochenen Kolonnen zu schaffen. Aus Gründen der Papierersparnis konnten leider keine Kurven und Abbildungen gebracht werden. Diese sind nur in den Originalvorträgen enthalten. Anträge zur Beschaffung derselben, sowie Rückfragen anderer Art bitten wir über den Schriftführer zu leiten. Wir sind uns durchaus im Klaren, dass infolge der Kürze der der 1. Sachbearbeitertagung zur Verfügung stehenden Zeit und anderer Aufgaben durchaus nicht alle Fragen durchdiskutiert werden konnten, jedoch sollte die Tagung dazu erstmalig den Anstoss geben. Aus ähnlichem Grunde konnte die Wiedergabe der Diskussion leider nicht immer so vollständig erfolgen, wie das vielleicht wünschenswert gewesen wäre. Es sind diese Dinge auch nicht so sehr Hauptausgangspunkte der Tagung gewesen, als vielmehr die vor den Fachleuten der führenden Glasindustrie infolge der Zeitverhältnisse zunächst an ihren unmittelbaren engsten Verbraucherkreis herangetragene Frage, welche von den vielen Kolonnentypen die wichtigsten seien, welche modern und welche veraltet resp. überholt seien, und ob man nicht auch auf dem Gebiet des Kolonnenbaus so vorgehen könne, wie auf anderen Gebieten der Typisierung und Normung, um die Verbraucher veranlassen zu können, auf unwirksame Formen oder auf komplizierte Sonderkonstruktionen zu verzichten, oder wenigstens ihre Zweckmässigkeit auch anderenorts prüfen zu lassen.

Wie Sie dem Bericht entnehmen wollen, haben die Herren Referenten ihre Erfahrungen rückhaltlos der Arbeitsgemeinschaft und damit dem angestrebten Ziel zur Verfügung gestellt und die gleiche Einstellung zur Sache und ihrer Entwicklung wird immer unsere und unserer Mitarbeiter vornehmste Aufgabe sein.

Andererseits soll aber dieser Bericht keine Veröffentlichung darstellen, sondern eine vertrauliche Mitteilung, die nicht zur Veröffentlichung zu benutzen ist. Wie Sie S.28 entnehmen wollen, behält sich der Ausschuss vor, den Inhalt der Tagung und ihre Ergebnisse in geeigneter Form zu veröffentlichen.

i.A.

(Dr.H. Wetzels)

Ammoniakwerk Herseburg GmbH.
Hauptlaboratorium

Wir bitten um Rücksendung
der Empfangsbescheinigung.
Verteilerliste folgt.

10.12.42/2268

Leborkolonien für Feindvergiftung
Niederschrift der Gattung der Arbeitgemeinschaft
der Verbraucher und Hersteller von Leborkolonien für
Feindvergiftung in Form. 10. - 12. Juli 1942.

8
ver. Nr.

Vertraulich!

**Weitergabe oder Vervielfältigung
nicht gestattet.**

Inhaltsverzeichnis.

- | | |
|---|-----------------|
| 1.) Prof. Dr. Jost - Kolonnen mit rotierenden Einsätzen. | S ₂ |
| 2.) Dr. H. Koch - Kolonnen mit Drehband. | S ₃ |
| 3.) Dir. Dr. Groll - Kritische Betrachtung verschiedener Vorschläge zum Bau von Laborkolonnen im Hinblick auf deren praktische Anwendbarkeit. | S ₉ |
| 4.) Dr. Hilberath - Vorteile der Verwendung eines vollständig kondensierenden Kolonnenkopfes <i>d. d. Kapillaren- und rektifizierenden</i> | S ₁₁ |
| 5.) Dr. Tramm - Verbesserungen an der Gasfeindestillation nach Podbielniak. | S ₁₂ |
| 6.) Dr. Sigwart - Laborkolonne mit Schrägfilmböden. | S ₁₃ |
| 7.) Dr. H. Koch - Freilauf-Effekt. | S ₁₄ |
| 8.) Dr. Hilberath - Bemerkungen zur Verwendbarkeit der von Dir. Dr. Groll vorgeschlagenen modifizierten Podbielniak-Apparatur. | S ₁₅ |
| 9.) Dr. Wetzel - Die Leuna-Kolonne. | S ₁₆ |
| 10.) Dr. Hilberath - Die Verwendbarkeit von Glasfritten anstelle von Maschendraht für Stedman-Kolonnen. | S ₁₈ |
| 11.) Dr. Sigwart - Bodenkolonne aus Glas von 50 mm Durchmesser. | S ₁₉ |
| 12.) Dr. Hilberath - Kennzahlen zur Charakterisierung der Leistungsfähigkeit von Laborkolonnen. | S ₂₀ |
| 13.) Dr. Laves - Über die Trennschärfe verschiedener Kolonnentypen. | S ₂₄ |
| 14.) Dr. Tramm - Aufbau und Durchrechnung einer Füllkörperfeinschnittkolonne für Laboratorien. | S ₂₆ |
| 15.) Dr. Stern - Feinfraktionieraufsatz mit isothermem Stoffaustausch. | S ₂₇ |
| 16.) <i>Papierprüfmaßstab.</i> | S 29/30 |

Jachbearbeitertagung
Laborkolonnen für Feindestillation
Jena, 10. - 12. Mai 1942

Herr Dir. Dr. Herold begrüßt die Anwesenden, insbesondere den Hausherrn Prof. Dr. Sieverts, sodann die Herren Prof. Jost, Dir. Dr. Groll, Dr. Friedrichs und die Vertreter der Firma Schott, Herren Dr. Braunsitz sowie Herrn Brandts, die in dankenswerter Weise erfolgreich bemüht waren, für das leibliche Wohl der Teilnehmer zu sorgen und deren rege Bemühungen der Tagung sinnvollen Rahmen geben

Herr Dir. Dr. Herold führte, das Ziel der Tagung betreffend, kurz etwa folgendes aus:

Unter den heutigen Verhältnissen ist es unmöglich, alle ~~Vorschläge zum Bau von Kolonnen zu verwirklichen~~. Es kann nicht jeder seine eigene „Privatkolonne“ haben und sich damit beschäftigen, sondern es soll eine Auswahl der verschiedenen Typen getroffen werden. Außerdem dürfte es nötig sein, sich über die Prinzipien des Kolonnenbaues zu unterhalten, um diese zu richten und eine einheitliche „Sprache“ zu schaffen.

Wir können dies deshalb tun, weil die Entwicklung auf dem Gebiet des Kolonnenbaues soweit gediehen ist, dass daran gedacht werden muss, aus der Fülle der vorgeschlagenen Systeme und auf Grund der vielen praktischen Erfahrungen einige wenige Kolonnenarten auszuwählen und diese laufend fabrikmäßig herzustellen. Um zu diesem Ziel zu gelangen, erschien ein Erfahrungs- und Meinungsaustausch der Verbraucher und Hersteller von Laborkolonnen für Feindestillation angebracht.

Teil I.

Vortrag 1.

Herr Prof. Jost, Leipzig, beginnt mit seinem Bericht über "Kolonne mit rotierenden Einsätzen". Beschrieben werden Kolonnen mit sich drehenden Zylindern verschiedener Form. Die verwendeten Kolonnen sind folgendermaßen charakterisiert:

Kolonne 1. Kolonne mit einem rotierenden Zylinder als Einsatz.

- 1.) Arbeitsdruck 1 Atm.
- 2.) Höhe 250 mm.
- 3.) Durchmesser 29 mm.
- 4.) ~~Volumen~~ ca. 50 ccm. *offen über. Volumen?*
- 5.) Abstand der gegenseitig bewegten Flächen: ~~2 mm.~~
- 6.) Weitere Einbauten: keine.
- 7.) Umdrehungszahl: bis 6000 U/Min.
- 8.) Bodenwert (HETP): 2,5 cm - 1 cm.
- 9.) Verwendungszweck: Feinfraktionierung engsiedender Gemische bei Anwendung geringer Substanzmengen 20 - 50 ccm (Feinanalyse).
- 10.) Durchsatz 300 - 750 ccm flüssig/h. (Größer als bei Lesesne und Lochte.)
- 11.) Rückfluß: vollkommen kondensierender Kolonnenkopf, je nach Rohrdurchmesser 300 - 750 ccm/h.
- 12.) Betriebsinhalt (working hold up): ca. 0,1 ccm/theoret. Böden.
- 13.) Einstellung des Entmischungsgleichgewichts: 10 Min.

Kolonne 2. Kolonne mit horizontalen oder aufwärts geneigten, teils rotierenden, teils feststehenden Böden.

- 1.) Arbeitsdruck 1 Atm.
- 2.) Länge 250 mm, davon ausgenutzt ca. 200 mm.
- 3.) Rohrdurchmesser 29 mm.
- 4.) ~~Volumen~~ ca. 130 ccm. *offen über. Volumen?*
- 5.) Abstand der gegenseitig bewegten Flächen: 10 mm.
- 6.) Weitere Einbauten resp. Füllkörper: Horizontale oder schräggestellte, feststehende und rotierende Böden
- 7.) Umdrehungszahl: bis zu 2000 U/Min.
- 8.) Bodenwert (HETP): 2 cm.

- 9.) Verwendungszweck: Abtrennung einer in kleiner Menge anwesenden Komponente aus großer Substanzmenge, bei geringen Siedepunktunterschieden (präparativ und analytisch).
- 10.) Durchsatz: flüssig; 750 - 1000 ccm/h.
- 11.) Rückfluß: 700 - 1000 ccm/h, vollkommen kondensierender Kolonnenkopf.
- 12.) Betriebsinhalt: ca. 0,3 ccm je theoret. Boden.
- 13.) Einstellung des Entmischungsgleichgewichts: 10 - 15 Min.

In besonderen Versuchen wurde die Abhängigkeit des Bodenwertes von der Rotationsgeschwindigkeit festgestellt:

Ohne Umdrehung	8,3 μ cm
1700	5 μ cm
2600	3,8 μ cm
6600	1 μ cm

Die Bodenwerte entsprechen etwa denen der Stedman-Körper, jedoch ist der Betriebsinhalt der besprochenen Kolonnen kleiner als der einer Stedman-Kolonne.

Die Entwicklung der Kolonne ist noch ~~im~~ ^{nicht abzuheften} ~~Plan~~.

Vortrag 2.

Herr Dir. Dr. Herold eröffnete die Aussprache mit dem Hinweis, daß es sich bei den Kolonnen mit rotierenden Einsätzen noch nicht um fertig entwickelte Modelle handele. Hierzu bemerkt Herr Dr. H. Koch Mülheim-Ruhr, daß die von ihm verwendete Drehbandkolonne (Vgl. Die Chemische Fabrik Nr. 23, 15. Nov. 1941) bereits als gebrauchsfertiges Modell angesehen werden kann.

Dr. H. Koch

Kolonne mit rotierendem Metallband.

- 1.) Arbeitsdruck 1 Atm.
- 2.) Länge (Bandlänge) 375 mm (wie Lesesne) und 1000 mm.
- 3.) Rohrdurchmesser 6 mm.
- 4.) ~~Kolonne~~ ^{10 resp. 25 ccm oder 2 Liter. Volumen?}
- 5.) Abstand der ~~Bandkanten~~ ^{Bandkanten} ~~in~~ ^{zwischen} ~~den~~ ^{den} ~~Bandkanten~~ ^{Bandkanten}: 1 mm.
Bandbreite 4 mm
Bandstärke 0,5 mm. ^{Klein}
- 6.) Weitere Einbauten ~~...~~: Material - Chromnickel, od. V2A.

- 7.) Umdrehungszahl: 1000 U/Min.
- 8.) Bodenwert: $\sim 2,5$ cm, theoret. Böden: 19 s. Tabelle.
- 9.) Verwendungszweck: Feindestillation von nahsiedenden Gemischen bei Anwendung von kleinen Substanzmengen (5 - 20 ccm flüssig).
- 10.) Belastung: $\sim 60 - 90$ ccm flüssig/h.
Durchsatz: 5 - 10 ccm flüssig in 7 h,
bei Rückflußverhältnis 1 : 60, resp. 1 : 30.
- 11.) Rückfluß: 1 Tr/sec, vollkommen kondensierender Kolonnenkopf
- 12.) Betriebsinhalt: 0,2 ccm flüssig, 0,02 ccm/theor. Boden.
- 13.) Einstellung des Entmischungsgleichgewichts: $\frac{1}{2} - 1$ Std.
- 14.) Ziel: Bau noch höherer Kolonnen.
- 15.) Besonderheiten: Die Kolonne besitzt
 - 1) Kühler mit vollständiger Kondensation.
 - 2) Einen Wulst zur Sammlung des Rücklaufs in die Abflußkapillare
 - 3) Einen Tubus zur Probenahme mit Mikropipette (aufsteigend)
 - 4) Vakuummantel (10^{-5} Torr) und elektr. Heizmantel. Der Zwischenraum ist mit Kieselgur locker gefüllt.
- 16.) Besondere Versuche:
 - 1) Bestimmung der Bodenzahl mit n-Hexan/~~Benzol~~ ^{Benzol} unter für den praktischen Betrieb geeigneten Bedingungen (Gleichgewichtskurve von Tongberg und Johnston).

Kolonne	Mol-% n-Hexan in Blase Destillat		Rückfluß Tropfen/ 10 sec.	Abnahme 1 Tropfen in sec.	Theoret. Bodenzahl gemäß Gleichgew. Kurve
I 375 mm Bandl.	11,5	90,1	8	60	19
	89,9	94,3		66	21
II 1000 mm Bandl.	10,9	94,1		57	38
I bzw. II			15	60	kleiner als bei 8 Tr./10 Sek. Rückfluß.

Untere Grenze der Trennfähigkeit: 2 ccm fl.
 2) Trennung von n-Hexan, Cyclohexan, n-Heptan,
 Benzol, Toluol, Xylol,
 Benzol/n-Heptan.

Die Versuche lassen teilweise vermuten:

- a) eine ~~starke~~ Abhängigkeit der Trennwirkung vom Rückflußverhältnis
- b) eine Konzentrationsabhängigkeit der Trennwirkung.

Für die Tieftemperaturdestillation wurde ebenfalls eine Drehbandkolonne entwickelt, die durch folgende Daten charakterisiert ist:

- 1.) Arbeitsdruck 1 Atm.
- 2.) Länge (Bandlänge): 1000 mm.
- 3.) Rohrdurchmesser: 4 mm.

- 4.) *Vollbau* *Acum* *ofur* *Leuf.* *Tolman* ?
- 5.) Bandbreite: 3 mm. *Leufweite* 0.5 mm
- 6.) Weitere Einbauten: keine.
- 7.) Umdrehungszahl: 1000 U/Min.
- 8.) Bodenwert: 2 - 2,5 cm, theoret. Böden 45.
- 9.) Verwendungszweck: Tieftemperatur-Feindestillation, Aufteilung der Paraffine und Olefine des C₄-Bereichs.
- 10.) Belastung: } Abnahme: 2,5 ccm gasf./Min. Vollkommen kondensierender Kolonnenkopf.
- 11.) Rückfluß : } 1 ccm fl./Min.,
Rückfluß-Verhältnis 1 : 75
- 12.) Betriebsinhalt: 400 ccm gasförmig im Gasolbereich.
- 13.) Einstellung des Entmischungsgleichgewichts: 1/2 - 1 Std.

Besonderheiten und besondere Versuche:

Die Wirksamkeit der Kolonne wurde ermittelt an Isobutan-Isobuten-Gemischen bei 4,7° Siededifferenz und dem Dampfdruckverhältnis $\alpha = 1,20$ b. Siedepunkt.

Für eine Anreicherung des Isobutans auf 99,8 % sind in Abhängigkeit von der Konzentration in der Blase bei vollständigem Rückfluß folgende Bodenzahlen erforderlich:

% Isobutan in der Blase	25	20	15	10	5
erforderliche Bodenzahl	39	47	42,5	45	49

Die Abnahme von praktisch reinem Isobutan (99,8 - 99,9 %) gelingt bis zu einer Verarmung des Blaseninhaltes auf etwa 10 % Von diesem Punkte ab wird die Trennung trotz Einhaltung der gleichen Destillationsbedingungen (Rückfluß rd. 1 ccm fl./Min., Abnahme 2,5 ccm gasf./Min., Rückflußverhältnis 1 : 75) ziemlich schnell schlechter.

~~Wird mit einem Rückflußverhältnis von 1 : 35 gearbeitet, so tritt die Verschlechterung der Trennleistung schon bei einer Konzentration des Isobutans in der Blase von 20 % ein.~~

Nach diesem Referat entspann sich eine lebhafte Aussprache über

- 1.) den Begriff des "holdup", für den verschiedene Verdichtungsvorschläge mit unterschiedlicher Begriffsdefinition vorliegen,
- 2.) die zweckmäßigste Art der Ermittlung der Trennwirkung von Kolonnen,
- 3.) prinzipielle Unterschiede betr. Kolonnentypen und Arbeitsmethoden.

Zu 1:

Während der Destillation befindet sich in jeder Kolonne außer dem Sumpf noch eine bestimmte Menge des Destillationsgutes, das teils dampfförmig den freien Innenraum des Destillationskolbens, der Austauschschale und des Kolonnenkopfes erfüllt, teils in flüssiger Form als Rückfluss in der Austauschschale abwärts fließt und die Füllkörper besetzt bzw. die Glockenböden füllt.

Die Grösse dieser Substanzmenge ist von Einfluss auf das Ausmaß der Zwischenfraktionen und bestimmt den zur Durchführung einer Destillation erforderlichen Mindesteinsatz an Destillationsgut. Es ist daher wichtig, diese bei den einzelnen Kolonnentypen recht unterschiedliche Grösse zu erfassen. Bisher fehlt hierfür aber eine allgemein anerkannte Definition.

Vorgeschlagen wurden bisher:

a) Betriebsinhalt.

Der Begriff "Betriebsinhalt" (nach Koch und Hilberath) ist identisch mit dem in der amerikanischen Literatur üblichen "Working hold up" und bezeichnet die während der Destillation in der Austauschschale befindliche Substanzmenge.

b) Arbeitsvolumen.

Der Begriff "Arbeitsvolumen" (nach Gg.R. Schultze - Braunschweig) bezeichnet die nach Beendigung der Destillation in der Austauschschale und im Destillationskolben verbleibende Flüssigkeitsmenge.

c) Haftinhalt.

Der Begriff "Haftinhalt" (nach Dr. Traam) bezeichnet die nach Beendigung der Destillation in der Austauschschale verbleibende Substanzmenge.

"Betriebsinhalt" und "Haftinhalt" beziehen sich nur auf die Austauschschale, sind also unabhängig z.B. von der Größe des Destillationskolbens u.a. willkürlichen Faktoren. Sie erscheinen daher für den Vergleich verschiedener Kolonnentypen geeignet.

Es wurden hierzu u.a. noch folgende Punkte erörtert:

a) Komplizierte Einsätze bedingen häufig neben dem Vorteil einer höheren Trennwirkung den Nachteil eines hohen Betriebsinhaltes

b) Die nach Beendigung der Destillation in Austauschschale und Kolben zurückbleibende Substanzmenge (Arbeitsvolumen nach Gg. R. Schultze) entzieht sich der Analyse. Dieser Nachteil lässt sich meist durch Zusatz einer höhersiedenden Komponente vermeiden.

*) Der Betriebsinhalt ist bei gegebenem Rückflußverhältnis abhängig von der Belastung der Kolonne, darunter ist die in der Zeiteinheit im Destillationskolben verdampfte Substanzmenge zu verstehen.

Zu 2 und 3:

Allgemein ist eine kontinuierliche Destillatabnahme üblich. Podbielniak hat aber kürzlich (Ind. Eng. Chem. 13, 644, 41) mitgeteilt, daß bei einem Betrieb unter vollständigem Rückfluß und zeitweiliger stoßweiser Destillationsentnahme günstigere Ergebnisse erzielt werden. Hiermit stimmen die Beobachtungen von H. Koch überein, daß beim Übergang von unendlichen zu endlichen Rückflußverhältnissen der Abfall des Trenneffektes u.U. beträchtlich größer ist als nach dem Diagramm von McCabe und Thiele zu erwarten wäre.

Prof. Jost gibt dazu an, daß er die theoret. Bodenzahl seiner Kolonnen bei kontinuierlicher Destillatentnahme bestimmt hat.

Dr. Hilberath glaubt, daß die ^{überraschende} anormale Abhängigkeit der Bodenzahl vom Rückflußverhältnis bei den einzelnen Kolonnentypen verschieden stark in Erscheinung tritt, so z.B. wenig bei Glockenböden, deutlich dagegen bei Glasspiralrohrkolonnen.

Dir. Dr. Groll fragt, ob die Einstellung des Entmischungsgleichgewichts bei der Kolonne mit rotierendem Metallband lange Zeit in Anspruch nimmt.

Dr. H. Koch antwortet, daß die Einstellzeit nicht ungewöhnlich groß ist.

Dr. Stern erinnert an den Einfluß der Belastung auf die Trennwirkung.

Die Diskussion wird hier abgebrochen im Hinblick auf die noch zu erwartenden Vorträge, die diese Frage eventuell selbst noch behandeln bzw. neues Anschauungsmaterial dazu liefern.

Dir. Dr. Herold hatte während der Diskussion die Frage des Verhältnisses von Kolonnenquerschnitt und Blaseninhalt angeschnitten,

da von ihrer richtigen Lösung die Größe der Zwischenläufe abhängt, in ihrem Verhältnis zu den Hauptläufen; doch war diese Frage nicht weiter aufgegriffen worden.

Ähnlich war es mit dem Vorschlag von Dr. Stern, drei Kolonnentypen zu schaffen,

- 1) solche mit hoher Trennschärfe (kleine Zwischenfraktionen) große Bodenzahl, geringer Betriebsinhalt)
- 2) solche mit geringerer Trennschärfe, die aber die Möglichkeit bieten, schnell zu destillieren (hohe Belastbarkeit)
- 3) solche mit hoher Trennwirkung, speziell bestimmt für die Abtrennung geringer, im Produkt enthaltener Substanzmengen, wobei es gleichgültig sein soll, ob größere oder kleinere Teile des Hauptproduktes als Betriebs- und Haftinhalt oder Arbeitsvolumen in der Kolonne verbleiben.

Teil II

Nachdem durch die beiden Vorträge von Prof. Jost und Dr.H.Koch ein Blick in die Zukunft der Kolonnenentwicklung getan war, folgte der 2. Teil des Tagungsprogramms:

Es folgt Vortrag 3 Dir.Dr.Groll: Kritische Betrachtung verschiedener Vorschläge zum Bau von Labor-Kolonnen im Hinblick auf deren praktische Anwendbarkeit.

Die verwirrende Zahl von Vorschlägen, Kolonnen zu bauen, zwingt dazu, gewisse Prinzipien, die für eine vielseitige Anwendbarkeit der Kolonnen als Voraussetzung angesehen werden können, herauszustellen.

- 1) Der Rücklauf muß am Kolonnenkopf auf die Kolonne gegeben werden und genau regulierbar sein.
- 2) Innerhalb der Kolonne muß der Rücklauf konstant sein, d.h. er darf sich nicht durch weitere Abkühlung vergrößern oder durch Erwärmen von außen verkleinern.
- 3) Die aufsteigenden Dämpfe müssen wiederholt und innig mit dem herabfließenden Kondensat in Berührung gebracht werden, was durch geeignete Füllkörper oder Böden erreicht werden kann.
- 4) Schließlich ist es für eine scharfe Trennung notwendig, daß die Betriebsmenge bzw. der "holdup", d.h. die während des Betriebes in der Kolonne befindliche Substanzmenge klein ist im Verhältnis zur Gesamtmenge der aufgewandten Substanz.

Der Vortragende geht auf die einzelnen Punkte näher ein.

Zu 1

Die von H. Köppel vorgeschlagene Kolonne wird ablehnend beurteilt. Bei der Wahl des Kolonnenkopfes ist im allgemeinen der totale

Rückflußkühler dem Dephlegmator vorzuziehen. Bei der Tieftemperaturdestillation ist die Verwendung der totalen Rückflußkühler jedoch auf leicht kondensierbare Gase beschränkt.

Zu 2

An verschiedenen Diagrammen wird gezeigt, daß eine Kolonne bei adiabatischer Arbeitsweise den günstigsten Bodenwert ergibt. Als beste Isolierung wird ein versilberter Hochvakuummantel (etwa 10^{-5} Torr) empfohlen. Unter Umständen ist eine Kompensationsheizung zu empfehlen, jedoch nur als zusätzliches Hilfsmittel außerhalb der Isolation.

Zu 3

Bei der Besprechung verschiedener Formen der Austauschsäule wird u.a. darauf hingewiesen, daß die leere Glasrohrspirale nur bei bestimmten Dimensionen wirksam ist. Sie eignet sich nicht zur Rektifikation aller Stoffklassen, liefert jedoch besonders bei Kohlenwasserstoffen gute Ergebnisse.

Der Vortragende wendet sich dann gegen den verbreiteten Irrtum (vgl. z.B. Grosse-Oetringhaus), daß das Material der Kolonnenfüllung eine möglichst gute Wärmeleitfähigkeit und hohen Wärmeinhalt besitzen müsse. Die schnelle Einstellung und Erhaltung eines dem Entmischungsgleichgewicht entsprechenden Temperaturgefälles in der Kolonne erfordert aber im Gegenteil eine geringe Leitfähigkeit und einen kleinen Wärmeinhalt des Füllmaterials.

Glasspiralen (Helix-Körper) als Füllkörper sind gewöhnlichen Raschigringen an Wirkung nur dann überlegen, wenn sie eingängig und nicht in mehreren Windungen angefertigt werden. Sie verursachen jedoch einen verhältnismäßig hohen Staudruck.

Von den Bödenkolonnen aus Glas werden die Modelle von Bruun, von Klein-Stage-Schultze und eine eigene Siebbodenkolonne besprochen. Die letztgenannte dürfte den geringsten Betriebsinhalt aufweisen.

Zu 4

Von 2 Kolonnen gleicher Wirksamkeit ist der der Vorzug zu geben, die den kleinsten Betriebsinhalt besitzt.

Referat 4

Dr. Hilberath: "Vorteile der Verwendung eines vollständig kondensierenden Kolonnenkopfes bei der Tieftemperaturrektifizierung". (vgl. Brennstoffchemie 21, Nr. 17 1940)

Partiell kondensierende Dephlegmatoren verlangen eine laufende sorgfältige Überwachung, da Blasenheizung und Dephlegmatorkühlung zur Einhaltung eines gleichbleibenden Rückflußverhältnisses jeweils aufeinander abgestimmt werden müssen. Sie sind nur in besonderen Fällen (vgl. Ref. 5 u. 8) automatisch regelbar. Ihre Anwendung kann daher nur für spezielle analytische Zwecke empfohlen werden. Die bei der Destillation oberhalb Raumtemperatur üblichen, vollständig kondensierenden Aufsätze waren für Tieftemperaturdestillationen nicht verwendbar. Da auch der bei der Linde-Gesellschaft ausgearbeitete "Thermosyphonaufsatz" noch keine befriedigende Lösung darstellte, wurde am KWI für Kohlenforschung ein neuer Kolonnenkopf für Tieftemperaturdestillationen entwickelt, der u.a. eine beliebige Einstellung des Rückflußverhältnisses ermöglicht und die Destillatentnahme wahlweise in gasförmiger oder flüssiger Form gestattet. Der Kolonnenkopf ist bei beliebigen Typen der Austauschschale verwendbar. Für präparative Zwecke und zur Untersuchung von Gemischen aus 2 - 3 Komponenten mit geringer Siededifferenz hat sich der Kolonnenkopf in Verbindung mit einem Glasspiralrohr (Jantzen-Spirale) als Austauscher bewährt.

Diese Kolonne wird durch nachstehende Daten gekennzeichnet:

- 1) Arbeitsdruck normaler. 1 Atm.
- 2) Höhe (der Rohrspirale) 800 mm
 - a) Länge d. Spirale 6 m aufgerollt
 - b) Außendurchmesser d. Spirale 50 mm
 - c) Ganghöhe (Steigß) 20 mm
 - d) Windungszahl 40
- 3) Lichte Weite d. Spiralrohrs 5 mm

- 4) Volumen (~~100 ccm~~, Inhalt) *offen Schif. Volumen?*
- 5) entfällt
- 6) Einbauten resp. Füllkörper: *Körner*
- 7) entfällt
- 8) Bodenwert: ~ 4 cm ~~Steigung~~ = 2 Windungen
• *zahl* - 21 theoret. Böden (vollst. Rückfl.)
- 9) Verwendungszweck: Präparativ u. analyt. Feinfraktionierungen
- 10) Belastung: 60 ccm flüss/h, (~~4~~ ccm flüss/Min.) u. weniger
- 11) ~~Rückfluß 1 - 2 Tr. / 2 sec.~~
optimal
Vollkommen kondensierender Kolonnenkopf
- 12) Betriebsinhalt: 0,15 - 0,2 ccm/theoret. Boden

Als Beispiel wurde die Trennung eines Gemisches von Propylen und Propan sowie von i- und n-Butan angeführt.

Referat 5

Dr. Tramm: "Verbesserungen an der Gasfeindestillation nach Podbielniak".

Die Anordnung der bei der Ruhrchemie verwendeten Tieftemperaturkolonne entspricht im wesentlichen der Arbeitsweise nach Podbielniak. Folgende Änderungen in der Konstruktion bringen jedoch Vorteile.

Als Füllung der Austauschsküle dient nicht die einfache Drahtspirale, sondern eine um einen gestreckten, zentralen Stahldraht gewickelte ^ASpirale. Der Zentraldraht hat einen Durchmesser von 0,5 - 0,6 mm, der Spiraldraht einen Durchmesser von 1,7 mm. Die Al-Spirale weist je laufenden Meter 226 Windungen auf. Das Kolonnenrohr besteht aus einem 3,8 mm weiten Präzisionsglasrohr.

Zur Verbesserung der Isolierung enthält der die Kolonne umgebende, verspiegelte Vakuum-Mantel noch ein auf Hochglanz poliertes Aluminiumblech. Zur Bindung von Gasresten ist an den Vakuum-Mantel seitlich ein kleines Gefäß mit A-Kohle angeschmolzen, das mit flüssigem Stickstoff gekühlt wird. Der Destillationsdruck in der Kolonne wird durch automatische Dephlegmatorkühlung konstant gehalten.

Die Verflüchtigungserfolge über ein Rückventil, dessen Stoffblöcke durch eine Membran besonders geschützt ist.

Die Bruchwirkung der Kolonne ist so gut, dass der C_2 -Rücklauf in eine Fraktion mit 1-Butan, 1-Pentan und Buten-1 und eine Fraktion mit n-Butan und Buten-2 unterteilt werden kann. Die einzelnen Komponenten der beiden Fraktionen können dann nach der Methode von Dr. Allan bestimmt werden.

Referat 6

Dr. Sigwart: "Labor-Kolonnen mit Schrägfilzböden".

Die vorgeschlagenen zickzackförmig eingebauten Schrägfilzböden (elliptische Maschenrautecheiben aus Metall (Cu, V_2O_5 , Ni) mit 10 mm Dampfdrucktrittsöffnungen) ersetzen die schwer herzustellenden Stegman-Böden sehr gut.

Theoretische Böden: 53/100 cm Füllhöhe
also Bodenzert: 3,5 cm bei einem Durchsatz v. 2 l/h (flüssig)

Bandförmiger Rücklauf ist weniger zu befürchten als bei Stegman-Körpern. Man kann auch in gleicher Weise angeordnete Glasritzen verwenden, die man mit dem Glasschuss verschnürt. Der Betriebs- und Luft-Inhalt dieser Körper ist ebenso gross wie bei den Stegman-Körpern. Die Herstellung dieser Ritzen-Körper bereitet jedoch z.Zt. noch einige Schwierigkeiten.

Es folgt nun eine Sammeldiskussion über einige in vorstehenden Referaten behrte Punkte.

Dir. Dr. Groll betont in Bezug auf die von Tramm beschriebene Kolonne die Wichtigkeit der Rückhaltung eines anreicherung Rücklaufs während der Fraktionierung.

Dann kommt die Rede auf die Metalleinbauten, da Coppee-Fringhaus gute Wärmeleiter empfiehlt und Dr. Tramm eine Al-Spirale verwendet, während Dir. Dr. Groll schlechte Wärmeleiter fordert.

Dr. Tramm sagte hierzu, dass Leitfähigkeit nur bei Zwischenfraktionen gefährlich sei.

- 14 -

Dr. Hilberath hält Chromnickel- und V2A-Spiralen für besser als solche aus Aluminium oder Kupfer (eigene Vorzüge)

Dir. Dr. Herold versucht einen Vergleich der Einbauten bezüglich ihrer Wirksamkeit durchzuführen:

- a) Raschig-Ringe,
- b) Stedman-Körper,

und fragt, welche Einbauten soll eine präparativ arbeitende Kolonne haben.

Übereinstimmend wird den Stedman-Körpern ein günstiger Bodenwert zugesprochen.

Referat 7

Dr. H. Koch spricht vom "Freilauf-Effekt" der neuesten Podbielniak-Kolonnen.

Die Bestimmung der theoretischen Bodenzahl einer Kolonne bei vollständigem Rückfluß kann ein falsches Bild von der Trennwirkung derselben Kolonne unter praktisch brauchbaren Arbeitsbedingungen geben. Es darf weiter als erwiesen gelten, daß die z. B. von Mc. Cabe und Thiele vorgeschlagene graphische Methode zur Bestimmung der Bodenzahl unter Berücksichtigung des Rücklaufverhältnisses, die bekanntlich durch Einzeichnen der Verstärkungsgeraden geschieht, auf die verschiedenen in Laboratorien gebräuchlichen Füllkörpersäulen nur bedingt anwendbar ist, und zwar in dem Sinne, daß das Optimum der Trennwirkung bei hohen Rückflußverhältnissen ganz erheblich höher liegen kann als nach Mc. Cabe und Thiele zu erwarten wäre. In Übereinstimmung mit diesen Beobachtungen steht eine Feststellung, die von W. J. Podbielniak⁺ in einer im September 1941 erschienenen Veröffentlichung mitgeteilt wird. Darin wird gesagt, daß bei Anwendung hochwirksamer Kolonnen auf nahe beieinandersiedende binäre Testgemische bei hohem Rückflußverhältnis wesentlich bessere Trennungen erzielt werden können, wenn man die Kolonne für die Dauer von 30 Minuten oder länger auf

⁺ Ind. Eng. Chem. anal. Ed. 13, 639 (1941)

vollständigem Rückfluß stehen läßt und dann eine gewisse Produktmenge sozusagen stoßweise entnimmt, um dann wieder auf vollständigen Rückfluß umzustellen usw. Podbielniak kann noch keine theoretische Begründung für diese Erscheinung geben, hat aber bereits für sie die Bezeichnung "Freilauf-Effekt" geprägt. Unsere eigenen Ergebnisse scheinen demgegenüber mehr dafür zu sprechen, daß nicht unbedingt ein Rückflußverhältnis "Unendlich" Voraussetzung für die starke Steigerung der Trennschärfe ist, sondern daß dieser Effekt schon bei einem hohen Mindestrücklaufverhältnis deutlich wird. Geht man darunter, so sinkt die Trennschärfe wesentlich schneller ab, als nach Mc.Cabe und Thiele bzw. Fenske und Smoker zu erwarten wäre.

Referat 8

Dr. Hilberath: "Bemerkungen zur Verwendbarkeit der von Dir. Dr. Grol vorgeschlagenen modifizierten Podbielniak-Apparatur".

Die Kolonne wurde in 2 verschiedenen Größen, und zwar mit einer 80 cm und einer 150 cm langen Austauschsäule im Versuchslaboratorium des Leuna-Werkes erprobt. Vor allem mit der längeren Säule wurden bei der Trennung gesättigter Kohlenwasserstoffgemische einschließlich i- und n-Butan automatisch registrierte Destillationskurven mit sehr scharfen Plateaus für die einzelnen Komponenten und steilen Anstiegen in den Zwischenfraktionen erzielt.

Der eindeutige Kurvenverlauf gestattet eine Auswertung der Analyse allein auf Grund der Destillationskurve ohne ergänzende Untersuchungen wie Kolwägung, Dampfdruckbestimmung usw. Für die Analyse gesättigter Gase sieht Referent in dieser Tatsache einen Vorzug vor der Leuna-Methode. Ein weiterer Vorteil ist in einer weitgehenden Ausschaltung subjektiver Fehler zu sehen, da erstens keine willkürliche Unterteilung des Destillationsgutes erfolgt, und zweitens Fehler in der Bedienung der Kolonne (z.B. betr. Belastung und Destillationsabnahmegeschwindigkeit) sofort an Verlauf der Destillationskurve erkennbar sind.

Verschiedene Abwandlungen bzw. Ergänzungen der Vorrichtung, die im einzelnen besprochen wurden, erscheinen vorteilhaft.

Referat 9

Dr. Wetzel: "Die Leuna-Kolonne"

Die Kolonne ist eine Kombination aus isotherm und adiabatisch arbeitender Kolonne: dem isotherm arbeitenden Hahnschen Aufsatz als Dephlegmator und der adiabatisch arbeitenden Austauschsäule. Im allgemeinen werden in ihr nur KW-Gruppen getrennt, mit anschließender analytischer Bearbeitung, sowie Kontrolle auf Reinheit von Mol-Gewicht und Dampfdruck. Kolonne und Methodik sind z.T. weitgehend automatisiert.

Charakteristik der Kolonne.

- 1) Arbeitsdruck normal 30 mm Hg, in besonderen Fällen alle Drucke bis ~ 4 Atm.
- 2) Höhe (ohne Blase) ~ 85 cm
 - a) Höhe des Dephlegmators 35 cm
 - b) Höhe des Hahnschen Aufsatzes 25 cm
 - c) Höhe des Trennkörpers 50 cm
(eine resp. drei durch Tropfer getrennte Rohrspiralen)
 - d) Länge der Rohrspiralen (aufgerollt) - 200 cm resp.
3 x je 60 cm = 180 cm
 - e) Durchmesser der Windungen 35 mm
 - f) Ganghöhe 15/20 mm
 - g) Windungszahl 28 - 30 resp. 3 x je 8
- 3) Rohrdurchmesser 3 - 4 mm und 5 - 6 mm, im Hahnschen Aufsatz 2 - 3 mm Abstand der Kühlflächen
- 4) ~~Volumen~~ 200 - 300 ccm einschließlich Blase
Trennkörper und Dephlegmator allein: 120 ccm
Totraum ~ 10 ccm.
- 5) entfällt
- 6) entfällt
- 7) entfällt
- 8) Bodenwert (einschl. Dephlegmator) 3,5-7,1; theoret. Böden 10-12
- 9) Zweck: Gasanalytische Trennung bei Anwendung geringer Substanzmengen
- 10) Durchsatz: bei großen reinen Fraktionen bis 700 ccm/h
bei Zwischenfraktionen bis 250 ccm/h *ausp. bzw.*
mit Kapillare u. Feinmischer.

* g. g. Gasanalyse mit einfacher Hilferichtung.

- 11) Rückfluss 1 Tropfen in 2 - 5 sec.
Kolonnenkopf: Isotherm arbeitender Hahnscher Aufsatz, partielle Kondensation
- 12) Betriebsinhalt; bei 30 mm: 12 ccm gasförmig und 35 ccm als Phlogma und als Benetzung an Wandung, Tropfer und Blase.
- 13) Einstellung des Eutmischungsgleichgewichte: $1/4 - 1/2$ h.
- 14) Ziel: Dauernde Anpassung der Leistungsfähigkeit der Kolonne an analyt. und sonstige uns gestellte Aufgaben, z.B. Erhöhung und Verdichtung der Bodenzahl, Automatisierung, Kontrolle und Vereinfachung der Arbeitsmethodik.
- 15) Besonderes:
- 1) Dephlegmator, Trennkörper und oberster Teil der Blase sind durch hochevakuierten resp. an Hochvakuum angeschlossene Mantel verbunden.
 - 2) Totraum spielt bei den bei 30 mm ausgeführten Destillationen fast keine Rolle.
 - 3) Für eine Analyse genügen im allgemeinen 1000 ccm Gas.
 - 4) Destillationsdauer normalerweise $1\frac{1}{2} - 2$ h.
 - 5) Grösse der Zwischenfraktionen: Abhängig von der Destillationsgeschwindigkeit; am kleinsten und fast zu vernachlässigen sind sie bei der automatisierten Kolonne. Gewöhnlich kann man rechnen mit

C_2/C_3	$C_3/1-C_4$	$1-n-C_4$
15 ccm	3 ϕ / 50 ccm	40 / 60 ccm.
 - 6) Mit Hilfe der mit der Destillationskolonne kombinierten Stockapparatur können Zwischenfraktionen von C_2 , C_3 und $1-C_4$ durch fraktionierte Kondensation bei 0,1 - 0,2 mm in die Komponenten zerlegt werden. $1-n-C_4$ -Zwischenfraktionen werden durch Dampfdruck bestimmt.
 - 7) Die zu destillierenden Gase werden vorher von unkondensierbarem Gas (N_2 , H_2 , CH_4 , Co , O_2) befreit.
- 16) Besondere Arbeiten: Nachweis der Azeotropie des Methylamins auch bei erhöhtem Druck bis 4 Atm. Destillation von Edelgasen. Schwelgasen, Drägasen. Trennung von $\alpha, \beta-C_4$ = sehr gut, trans- und cis- C_4 = mit einer 200 ccm betragenden Zwischenfraktion.

Diskussion.

Es wird die Frage erörtert, ob die Bodenzahl gleichmässig auf die Länge der Kolonne verteilt sei. Dr. Hilberath nimmt an, dass dem Hahnschen Aufsatz allein bereits eine etwa 5 Böden entsprechende Wirksamkeit zukommt. Gegen den Einwand, die Kolonne sei besonders zerbrechlich (Dr. Sauter, Schwarzheide), wird erklärt, dass das in Leund im allgemeinen nicht beobachtet wurde, allerdings sind gewisse Vorsichtsmaßregeln zum Schutz der Kolonne zu beachten. (Wahrscheinlich ist dies dem Umstand zuzuschreiben, dass die Kolonne aus gewöhnlichem Geräteglas gebaut wird. Aus Duranglas bestehende Kolonnen sind jedenfalls sehr stabil). Dr. Herold meint, dass die Kolonne zu kompliziert sei

für die Praxis, dem widerspricht aber die allgö. eine Erfahrung auch in den Betriebslaboratorien in Leuna und der Erstag, wo die Kolonne einer sehr breiten Anwendbarkeit erfreut. Dr. Rud meint, die Podbielniak-Kolonne sei besser. Referent erwidert, obwohl die Podbielniak-Kolonne evtl. eine höhere Bodenzahl hat als die Leuna-Kolonne, so hat sie doch für die bisher gestellten analytischen Aufgaben vollkommen ausgereicht; ferner bietet die Bearbeitung kleiner Gasmengen bei niederem Druck, ihre scharfe Trennung bei kleinen Zwischenfraktionen und geringem Betriebsinhalt, die Möglichkeit der Kombination mit dem Stockprinzip größere Vorteile. Dr. Ibing-Welheim schließt sich dieser Meinung an. Auch der Einwand, daß die Aufarbeitung der Zwischenfraktion Analyse verlängere und kompliziere, wird dahingehend beantwortet daß diese Maßnahmen kein "Muß" ist, sondern nur deswegen gesch um die Genauigkeit der Analyse zu steigern.

Es ist diese Mehrarbeit in vielen Fällen eher eine Kontrollmaßnahme, als eine analytische Notwendigkeit. Mit diesen Maßnahmen steht die "Leuna-Kolonne" nicht allein, denn bei jeder Kolonne die Zwischenfraktionen liefert, müßte diese zur Steigerung der Genauigkeit weiter untersucht werden.

Hiernach bittet Herr Dr. Herold die Herren Dr. Hilberath und Dr. Sigwart auf ihre Vorträge wegen der vorgeschrittenen Zeit zu verzichten. Der wesentliche Inhalt der Referate wird von den beiden Herren in wenigen Sätzen umrissen.

Referat 10

Dr. Hilberath: "Die Verwendbarkeit von Glasfritten an St. Maschendraht für Stedman-Kolonnen".

Von der Firma Schott & Gen. hergestellte Stedman-Körper aus Glasfritten wurden in einer Kolonne aus KPG-Rohr von 1230 mm Länge und 32 mm Weite erprobt. Die Säule enthielt 98 Einzelkörper.

Zum Vergleich wurde eine gleichdimensionierte Füllkörpersäule (Glashelix-Füllung von 3 - 4 Windungen und ca. 3 mm ϕ) unter denselben Bedingungen untersucht.

Ergebnisse

	<u>Braun-Glasfrüsten</u>	<u>Helix-Füllung</u>
Theoret. Bodenschil (Rückflußverhältnis 1:00)	32 - 33	14 - 15
Maximale Belastung (cm ³ /h)	1020	210
Betriebsinhalt (cm ³)	152	

Infolge der Gefängigkeit der Früsten ist der Betriebsinhalt verhältnismäßig groß. Die Trennwirkung zeigt nur eine auffallend geringe Abhängigkeit von der Belastung. Wegen des geringen Druckstandes wird die Kolonne für die Rektifizierung größerer Substanzen bei Arbeiten im Vakuum empfohlen.

Ferner schlägt Dr. Hilberath einen Kolonnenaufsatz vor, der eine Vereinfachung des Braun'schen Kapillaraufsatzes darstellt und besonders bei Füllkörperkolonnen geeignet erscheint, wenn die Rückflußmenge so groß bemessen werden muß, daß die durch Tropfenablenkung nicht mehr erfaßt werden kann.

Referat 11

Dr. Sigwart: "Bodenkolonne aus Glas von 50 mm Ø" (Hersteller: Schott und Gen., Jena.)

Für Aufgaben geeignet, bei denen die Kleinheit des Betriebsinhaltes keine große Rolle spielt, also für zahlreiche präparative Zwecke, für die Ausarbeitung von Betriebsdestillationen (insbesondere für kontinuierliche) und für die Gewinnung von Unterlagen zur Dimensionierung von Betriebskolonnen. Die Kolonne hat eine große Trennwirkung und gibt dadurch kleine Bauhöhen, etwa 40% der Bauhöhe einer gleich hoch belasteten und gleich hoch wirksamen Raschig-Kolonne. Wesentlich ist auch, daß der Mischbetrieb auf den Böden der Großausführung modellähnlich ist. Die Kolonne ist für eine Bodenkolonne aus Glas verhältnismäßig leicht herstellbar und sehr robust im Betrieb.

Referat 12

Dr. Hilberath: "Kennzahlen zur Charakterisierung der Leistungsfähigkeit von Laboratoriumskolonnen".

Die Bewertung von Laboratoriumskolonnen sowie ihr Vergleich untereinander wird im besonderen Maße dadurch erschwert, daß bisher ein allgemein gebräuchlicher Maßstab fehlt. Zwar sind bereits die verschiedensten Kennzahlen vorgeschlagen worden; es bedarf aber einer Einigung über die Auswahl, Definition und Bestimmungsweise der wichtigsten Daten.

In erster Linie kommen folgende Begriffe in Betracht:

- 1) Die theoretische Bodenzahl zur Charakterisierung der Trennwirkung.
- 2) Die optimale und maximale Belastung zur Beurteilung der möglichen Destillationsgeschwindigkeit.
- 3) Der Betriebsinhalt (working holdup) zur Abschätzung des erforderlichen Mindesteinsatzes an Destillationsgut.

Je nach dem besonderen Verwendungszweck wird man einem der 3 Faktoren eine besondere Bedeutung beimessen.

Die Kennzahlen sind nicht ohne weiteres als Konstanten zu betrachten, sie sind vielmehr von verschiedenen Arbeitsbedingungen abhängig, z.B. ändern sich die theoretische Bodenzahl und der Betriebsinhalt mit der Belastung. Alle 3 Kennzahlen sind ferner von der Viskosität und der Oberflächenspannung des Destillationsgutes abhängig u.a.m. Die Zahlen werden demnach nur reproduzierbar sein, wenn sie unter genau festgelegten Bedingungen bestimmt werden.

Es werden folgende Ausführungsvorschriften vorgeschlagen:

- 1) Bestimmungen der theoretischen Bodenzahl unter vollständigem Rückfluß (Rückfl.verh. 1 : ∞), sowie der optimalen und maximalen Belastung.

Als Testgemisch ist eine Mischung aus reinstem n-Heptan und reinstem Methylcyclohexan zu verwenden (dieses Gemisch gehorcht dem Raoult'schen Gesetz).

Die Anzahl der Platten wird auf Grund der theoretischen Trennleistung berechnet (siehe Tabelle bei Probst, und Thiele, Ind. Eng. Chem. 25, 136 (1933)).

Da verschiedene Stoffe vorkommen (z.B. circa 60) analysiert die Möglichkeit zu lösen, die in den Grenzkonzentrationen abzuheben, und zwar niedrigere Werte für die zu trennenden Stoffe, ist bis zur endgültigen Klärung dieser Frage so zu arbeiten, daß der Durchbruch nach Möglichkeit im Bereich 0,95 - 0,99 liegt. Die Berechnung der theoretischen Bodenzahl erfolgt nach der Formel von Fenske

$$n = \frac{\log \frac{A(100 - B)}{B(100 - A)}}{\log \alpha} - 1$$

A = n-Heptan-Gehalt der Probe aus dem Kolonnenkopf in Mol. %
B = n-Heptan-Gehalt der Probe aus dem Destillationskolben in Mol. %
Für das Dampfdruckverhältnis α wird der von Beatt, u. Calingwert (Ind. Eng. Chem. 26, 504 (1934)) bestimmte Wert von 1,07 verwendet.

Die Bestimmung der theoretischen Bodenzahl unter vollständigem Rückfluß wird bei maximaler Belastung (kurz unterhalb der Stau-Grenze) und außerdem bei mindestens 4 verschiedenen niedrigeren Belastungen durchgeführt. Auf diese Weise erhält man gleichzeitig den Wert für die optimale und die maximale Belastung der Kolonne.

Die Belastung ist in cm³ Flüssigkeit pro Stunde anzugeben.

2) Bestimmung der theoretischen Bodenzahl bei endlichem Rückflußverhältnis.

Von verschiedener Seite (H. Koch, private Mitteilung, und W. J. Podbielniak, Ind. Eng. Chem. 13, 644 (1941)) wurde darauf hingewiesen, daß die Trennwirkung von Laboratoriumskolonnen beim Übergang von unendlichem zu endlichem Rückflußverhältnissen unter Umständen stärker zurückgeht, als nach dem Diagramm von Mc. Cabe u. Thiele zu erwarten wäre. Es ist daher erforderlich, die Trennwirkung der

Kolonnen auch unter praktischen Arbeitsbedingungen zu prüfen. Zu diesem Zweck wird die theoretische Bodenzahl unter optimaler Belastung¹⁾ bei einem Rückflußverhältnis von 1 : 50, 1 : 25 und 1 : 10 zu bestimmen. Hierzu dient ebenfalls das Stoffpaar n-Heptan - Methylcyclohexan. Die Berechnung erfolgt nach der Gleichung von Smoker (Trans.-Am.-Inst.Chem.-Eng. 34, 165 (1938)). Das Rückflußverhältnis ist genau einzustellen. Die Messung erfolgt bei kleinen Flüssigkeitsmengen durch Tropfenzählung am Kolonnenkopf und bei größeren Mengen mit dem Braun'schen Kapillaraufsatz bzw. mit dem im 4. Referat vorgeschlagenen vereinfachten Kapillaraufsatz. Die Aufsätze müssen vorher unter den Betriebsbedingungen geeicht werden.

3) Bestimmung des Betriebsinhaltes.

Die Bestimmung des Betriebsinhaltes erfolgt nach der von Fenske vorgeschlagenen Arbeitsweise. Die Kolonne wird bei optimaler Belastung¹⁾ und unter vollständigem Rückfluß mit n-Heptan betrieben, in welchem eine bekannte Menge Stearinsäure gelöst wurde. Während des Betriebes wird eine Probe aus dem Destillationskolben entnommen und aus dem Ansteigen der Stearinsäurekonzentration der Betriebsinhalt berechnet.

Der Betriebsinhalt wird in cm³ Flüssigkeit angegeben.

An Stelle der absoluten Zahlen ist es in vielen Fällen, z.B. beim Vergleich verschiedener Länger austauschskülen, zweckmäßiger, die folgenden Daten anzuführen.

- 1) Bodenwert (H.B.T.P.-wert) = $\frac{\text{Länge der Säule in cm}}{\text{theor. Bodenzahl}}$
- 2) Bodenbetriebsinhalt = $\frac{\text{Betriebsinhalt}}{\text{Theor. Bodenzahl}}$
- 3) Relatives Durchsatzvermögen = $\frac{\text{optimale Belastung}^1)}{\text{Bodenbetriebsinhalt}}$

¹⁾ Liegt die optimale Trennwirkung bei unbrauchbar niedriger Belastung oder steigt die Trennwirkung gegen die Belastung Null an, ohne ein Maximum zu durchlaufen, so ist in diesem Falle eine mittlere Belastung zu wählen, die für die praktische Verwendung der Kolonne in Betracht kommt, aber noch nicht im Bereich zu geringer Trennwirkung liegt.

Die verschiedenen Kennzahlen bieten nun nicht nur einen Maßstab zur Bewertung einer Laboratoriumskolonne, sondern sie ermöglichen darüber hinaus, die mit einer bestimmten Stühle erzielbaren Ergebnisse voranzusagen. Grundlagen für derartige Berechnungen lieferten in jüngster Zeit Rose u. Welshans, Inc. Eng. Chem. 32, 668/676 (1940). Auf der angegebenen Weise können nunmehr Destillationskurven für die diskontinuierliche Rektifizierung von binären Gemischen in ihrem ganzen Verlauf vorausberechnet und außerdem genaue Angaben über die zu erwartende Größe der Zwischenfraktion gemacht werden. Erforderlich ist hierfür die Kenntnis des Dampfdruckverhältnisses der Gemischkomponenten bzw., falls diese nicht dem Raoult'schen Gesetz gehorchen, ihrer Gleichgewichtskurve, ferner müssen die theor. Bodenzahl, der Betriebsinhalt und das Rückflußverhältnis bekannt sein.

Umgekehrt kann natürlich auch vorausberechnet werden, welche Kolonne und welche Betriebsbedingungen für eine gewünschte Trennaufgabe zu wählen sind.

Für gleichteilige Gemische idealer Stoffpaare ergibt sich z.B. angenähert die Mindestzahl theoretischer Böden, die für eine gute Trennung²⁾ erforderlich ist, wie folgt:

<u>Siedepunktdifferenz (°C)</u>	<u>theoretische Bodenzahl</u>
1,5	100
2,8	55
5,0	30
7,0	20

An Hand verschiedener Abbildungen wurde der Einfluß der theor. Bodenzahl, des Betriebsinhalts und des Rückflußverhältnisses auf den Verlauf von Destillationskurven und insbesondere auf die Größe der Zwischenfraktionen verdeutlicht. Referent hofft, daß es in Zukunft vermieden wird, daß Kolonnen für Aufgaben eingesetzt werden, zu deren Lösung sie auf Grund ihrer Kennzahlen unzureichend sein müssen.

²⁾ Die Trennung wird in diesem Falle als gut bezeichnet, wenn die Zwischenfraktion (Fraktion für den Molenbruch-Bereich 0,05 - 0,95) nur 5 % beträgt, bezogen auf den Einsatz von Destillationsgut.

Referat 13

Dr. Laves: "Über die Trennschärfe verschiedener Kolonnentypen"

Die Trennschärfe verschiedener Kolonnentypen wurde an dem System Methanol-Äthanol studiert. Dabei ist besonders deutlich geworden, daß für die analytische Verwertbarkeit der Kolonne nicht nur ihre Bodenzahl, sondern auch ihr Betriebsinhalt von wesentlicher Bedeutung ist.

Je kleiner das Verhältnis von Betriebsinhalt zur theoretischen Bodenzahl, d.i. die pro theoretischen Boden benötigten ccm Produkt⁺⁾, um so besser ist die Kolonne analytisch verwertbar. Für präparative Zwecke ist auch noch die Leistung der Kolonne zu berücksichtigen, wobei zwangsläufig mit steigender Leistung der Betriebsinhalt steigt.

Die auf Seite 25 stehende Tabelle bringt eine Übersicht über die verschiedenen untersuchten Kolonnen-Typen. Es geht daraus hervor, daß für analytische Zwecke nur die Spiralkolonnen in Frage kommen: die Silberdrahtspiral-Kolonne und Jantzen-Kolonne.

Wenn genügend Produkt vorhanden ist und eine größere Trennwirkung verlangt wird, hat sich die Quarzglockenboden-Kolonne nach Bruun mit 28 theoretischen Böden bestens bewährt. Sie kann gleichzeitig für präparative Zwecke benutzt werden, da sie 500 ccm Rücklauf in der Stunde gibt.

Betriebssicher und einfach, doch vorwiegend nur für präparative Zwecke geeignet, sind die Raschig-Füllkörpersäulen.

Von großer Leistungsfähigkeit ist die Sigwart-Siebboden-Kolonne jedoch ist ihr Betriebsinhalt auch reichlich groß.

^{+) (= Betriebsinhalt eines theoretischen Bodens = Bodenbetriebsinhalt)}

Trennschärfe verschiedener Kolonnen-Typen.
An Hand der Methanol - Äthanol - Trennung.

Kolonnentyp	Länge mm	Konstanten der Sküle.		Leistung ccm Rücklauf/h	Betriebs- inhalt ccm	Theorist. Bodenzahl	Betriebs- inhalt theor. Boden
		Durchmesser mm	Inhalt der Sküle				
<u>Spiralkolonnen:</u>							
Widmerkolonne mit Rück- flusaufsatz	500	innen 10 außen 35	2,5 mm Silber- drahtspirale mit 38 Windungen	300	5,0	8	0,625
Silberdrahtspiralkolonne	600	10	85 Windungen	300	6,0	12	0,5
Podbielniakkolonne	1200	8	Deppeltärsch- spirale	300	6,1	10	0,61
Jantsenkolonne	650	6	6 m Glasspirale	200	8,2	15	0,63
<u>Sprudelkolonnen:</u>							
Young Evaporator	1700	Ø 28 Bodenzahl 90	16 Böden	300	16	14,2	1,14
Quarsglockenboden (Bruna)	1000	Ø 30	30 Böden	500	45	28	1,61
Sigwart-Siebtsdenkolonne	650	Ø 50 Bodenzahl 50	10 Böden	1500	75	11	6,8
<u>Füllkörperkühlen:</u>							
Raschig-Ringkolonne	1800	Ø 15	4 x 6 mm Ringe Füllvol. 290 ccm	330	48	12	4,0
Raschig-Ringkolonne	1800	Ø 24	4 x 6 mm Ringe Füllvol. 840 ccm	900	75	14	5,3
Vakuum-Kolonne	1800	Ø 30	8 x 8 mm Ringe Füllvol. 1200 ccm	1500	74	11	6,7

¹⁾ Hierbei ist der Kühlerinhalt mit einbeziffen, der durchschnittl. mindestens 20 % des Gesamtbetriebsinhaltes aufweist.

Die Kolonnen besitzen doppelte Isolierschicht, mit eingeschlossener, automatisch geregelter Heizung. Die automatische Regelung der Beheizung des Destillationskolbens wird unter Ausnutzung des Staudruckes gesteuert, der auf diese Weise stets auf einen bestimmten Sollwert gehalten wird.

Beim Arbeiten im Vakuum wird der gewünschte Destillationsdruck von 50 mm Hg unter Verwendung eines Manostaten konstant gehalten.

Die Trennwirkung wurde bei einem Staudruck von 5 mm Hg Kolonnen-
gegendruck (Kirschbaum) ausgeführt. Diese Versuche wurden mit Hop-
tan-Toluol-Gemisch ausgeführt. Die Ergebnisse sind abhängig von den
Destillationsbedingungen (Gegendruck, Füllkörperform usw.). Die
Auswertung erfolgt mit Refraktions-Dichtekurve. Der Einfluß ver-
änderter Kolonnenstaudruckes wird studiert, ebenso der Zusammenhang
zwischen Trennwirkung, Kolonnenhöhe und Durchmesser der Füllringe.

Referat 15

Dr. Stern: "Feinfraktionieraufsatz mit isothermem Stoffaustausch"

Als Trennapparat wird der isotherm arbeitende Kahnsche Aufsatz be-
schrieben mit Wendel (Glas oder Metall).

Im Gegensatz zur adiabatisch arbeitenden Kolonne hat der isotherme
Aufsatz in seinem unteren Teil vergrößerten Rücklauf. (Regulierung
der Destillations-Temperatur durch Badflüssigkeit bei verschiedenen
Drucken. Als Variante wird der Rotor-Aufsatz beschrieben mit doppel-
ter Trennschärfe, die mit der Tourenzahl steigt.

Der normale Aufsatz hat maximal 6 - 7 Böden.

2 normale Aufsätze hintereinander ergaben 11 Böden

Der Rotor-Aufsatz 500 U/Min. 12 - 13 Böden
1500 " " 20 Böden

bei geringer
Destillatabnah-
me

Der Vorzug der Dephlegmierung gegenüber der adiabatischen Rekti-
fizierung ist nach Ansicht von Dr. Stern in diesem besonderen Fall
in der großen Destillationsgeschwindigkeit zu sehen. Dieser Kolon-
nentyp ist dann vorzuziehen, wenn weniger eine besonders hohe Trenn-
wirkung, ^{als vielmehr} eine schnelle Ausführung der Analysen gefordert
wird.

Teil III.

Hiernach schritt man nun dazu, eine Auswahl und Einteilung der wichtigsten Kolonnentypen vorzunehmen. Es wurde ein Ausschuß bestimmt, der die Aufgabe hat, die bereits besprochenen und auch neue Vorschläge zu prüfen sowie die Glasfirmen bei der Wahl und Herstellung zu beraten. Diese Herren sind

Prof. Jost
Dr. Koch
Dr. Hilberath
Dr. Sigwart.

Die Niederschrift der Tagung soll von Dr. Wetzel ausgeführt werden. Der Tagungsbericht soll einer allseitigen Prüfung und Durcharbeitung unterzogen werden. Das so gewonnene Ergebnis soll von den Herren Prof. Jost, Dir. Dr. Groll, Dr. Koch in einer Zeitschrift veröffentlicht werden.

Am 11. Mai 1942 wurde unter Leitung von Herrn Dir. Dr. Groll eine Schlußbesprechung abgehalten, die folgende Kolonnentypen und Einzelheiten über ihre apparative Anordnung und Herstellung festlegte.

Die ausgewählten Typen erscheinen den Teilnehmern der Tagung als die zur Zeit geeignetsten. Die vertretenen Glasfirmen werden sich vornehmlich der Herstellung dieser Typen annehmen. Bei neuen Modellen soll der Ausschuß jeweils entscheiden, ob sie einen Fortschritt gegenüber den Standard-Kolonnen darstellen.

Schlußbesprechung zur Sachbearbeitertagung über Kolonnen.

- 1.) Kolonnen zum Betrieb unterhalb Raumtemperatur.
- a) Für analytische Zwecke kommen die Leung-Apparatur (Hersteller: Hallesche Laborgeräte G.m.b.H.) zur Trennung von Gasgemischen und die Podbielniak-Apparatur (Hersteller: Schott) in Frage. Die Podbielniak-Apparatur soll nach dem neuen Vorschlag mit einer Spirale unten und einer geraden Kapillare gebaut werden, also nach den Angaben von Dir. Dr. Groll mit folgenden Änderungen: Die Entspannung wird nicht durch Durchbiegen des kapillaren Rohres, sondern durch eine Spirale aus zwei Windungen am unteren Ende desselben erreicht. Es sind zwei Gasvorlagen von je 5 l. vorzusehen, umschaltbar, und eine Stock-Pumpe zum Entleeren der Gasvorlagen. Die Temperaturmessungen auf der Kolonne innerhalb des Gasabganges werden mit einem möglichst klein bemessenen Widerstandsthermometer erfolgen, das mit einem Einfachschreiber verbunden werden kann.
- b) Für präparative Zwecke kommt in Frage die Glasspiralrohrkolonne nach Koch und Hilberath. (Hersteller: Greiner und Friedrichs).
- 2.) Kolonnen für Flüssigkeiten, die oberhalb Raumtemperatur siedeln.
- a) Für analytische Zwecke. Als Mikrokolonne wurde allgemein die mit rotierendem Metallband angenommen (Hersteller: voraussichtlich Feddeler, Essen). Für mittlere Mengen ist das Glasspiralrohr nach Jantzen vorgesehen. Über die Ausgestaltung des Kopfes der Jantzen-Kolonne werden die betr. Herren mit Greiner und Friedrichs entscheiden (Hersteller: Greiner und Friedrichs). Die Isothermkolonne nach Dr. Stern wird von Greiner und Friedrichs nach direkten Angaben von Dr. Stern gebaut werden (zur Ausführung von Schnellanalysen).
- b) Für präparative Zwecke wird eine Pulkörperkolonne mit Vakuummantel vorgesehen (Hersteller: Schott), wobei der Franm'sche Vorschlag der Regulierung der Heizung mit Hilfe des Druckabfalles in der Kolonne durchgeführt werden soll. Als Kopf der Kolonne wird ein abgeänderter Braun'scher Aufsatz noch genauer von Anschluß festgelegt werden. Dabei wird das Thermometer in einen Vakuummantel gesetzt; $1/5^{\circ}$ Anschütz-Thermometer, 50° Bereich. Als Pulkörper kommen Raschigringe in Frage. Durchmesser der Kolonne 25 - 35 mm, Bauhöhe nach Wunsch; der obere Normalschliff ohne Verengung. Die Füllung mit Helixpackung von $1\frac{1}{2}$ Windungen

(Hersteller: Greiner und Friedrichs). Für den Fall, dass eine Stedman-Packung aus Glasfiltermasse genommen wird, ist der Durchmesser 32 mm KPG (z.B. für Vakuumfraktionierungen).

Ein Aufsatz für Zweiphasengemische wird in Anlehnung an den Vorschlag noch ausgearbeitet werden.

Ob die Bruun'sche Glockenkolonne oder eine Siebbodenkolonne mit perforierten Glasplatten (Dir. Dr. Groll) angewandt werden soll, wird von der Firma Greiner und Friedrichs in Zusammenarbeit mit Herrn Dr. Sigwart noch geklärt werden. Auch diese Kolonne soll mit einem Hochvakuummantel versehen werden.

Sämtliche Kolben, mit Ausnahme derjenigen für die Mikrokolonne werden mit 3 Hälsen versehen. Für die Nebenhälse werden Thermometer und Tauchsieder⁺) vorgesehen.

- c) Für die Verarbeitung grosser Produktmengen und die labormässige Ausarbeitung von Betriebsdestillationen wird die Leverkusener Bodenkolonne weitergebaut (Hersteller: Schott).

⁺) Anstelle der Beheizung mit Tauchsieder wurde nachträglich die Verwendung eines Kolbens mit Zapfen am tiefsten Punkt des Kolbens mit übergeschobenem Heizelement vorgesehen. Es ist dann nur 1 Seitenhals oben nötig.