



In der über  $-5^{\circ}\text{C}$  bis  $+2^{\circ}\text{C}$  siedenden  $\text{C}_4$ -Menge entsprechen die anfallenden Ungesättigten dem 2-Butylen, die Gesättigten dem Normalbutan. Sicherheitshalber wird noch auf Isoolefine geprüft. Der dann noch im Destillationskölbchen verbleibende Rest wird in ein mit flüssiger Luft evakuiertes Kölbchen hineinkondensiert und gewogen. Dann wird die ganze Menge in einen evakuierten 2 l - Kolben, dessen Inhalt genau bekannt ist, verdampft und der Druck bestimmt. So ist die Gasdichte bekannt und damit der Gehalt an etwa vorhandenen  $\text{C}_6$ -Kohlenwasserstoffen. In dem entstehenden Dampf werden die gesamten Ungesättigten durch Bromid-Bromat-Titration und deren Isogehalt nach Mc. Millan bestimmt. Wir haben mit dieser Durchführung der Analyse sehr gute Erfahrungen gemacht. Die Trennung zwischen  $\text{C}_2$ ,  $\text{C}_3$  und  $\text{C}_4$  Kohlenwasserstoffen ist natürlich sehr einfach, die Trennung innerhalb der  $\text{C}_4$ -Gruppe dagegen setzt eine sehr gut arbeitende Destillationsapparatur voraus. Wir haben uns grundsätzlich zu einem Aufbau entschlossen, der sich eng an die Arbeiten von Podbielniak anlehnt, auf die vollautomatische Abnahme der Gase nach Podbielniak haben wir verzichtet, da dadurch der Aufbau der ganzen Apparatur für unsere Verhältnisse zu voluminös wurde. Die Bedienung unserer Apparatur ist einfach, daß 2 - 3 Apparaturen von einer angeleserten Hilfskraft parallel gefahren werden können. Die Apparatur sei an Hand einer Abbildung näher geschildert. Sie besteht aus dem Kochkölbchen, der Kolonne und dem Dephlegmator. Die Kolonne ist durch einen doppelwandigen, hochevakuierten Mantel gut wärmeisoliert. Außerdem sind noch Nebenapparaturen vorhanden.

Das Kochkölbchen ist mit einem Tauchsieder versehen. Es hat am Boden einen verengten Fortsatz, in den der Tauchsieder eintaucht. Es wird dadurch erreicht, daß man die Flüssigkeit weitgehend aus dem Kolben verdampfen kann. Normalerweise befindet sich in dem Dewargefäß etwas feste Kohlensäure, die das Kölbchen an sich tief kühlt. Durch den Tauchsieder, dessen Stromzufuhr man über ein Milliampèremeter und einen Widerstand regulieren kann, wird eine konstante Wärmemenge zugeführt. Wichtig ist es, ein paar Worte über die Kolonne zu sagen. Diese wurde auf Grund von Angaben, die wir von amerikanischen Geschäftsfreunden erhielten, in besonderer Weise ausgebildet. Das Kolonnenrohr besteht aus einem 3,8 mm Präzisionsglasrohr. Es ist gefüllt mit einer Aluminiumspirale, die auf einen Stahldraht aufgewickelt ist. Der Stahldraht hat einen Durchmesser von 0,5 bis 0,6 mm, der Aluminiumdraht einen Durchmesser von 1,7 mm. Der Stahldraht wird auf einer Drehbank klingend fest eingespannt und der Aluminiumdraht unter strammem Anziehen so um den Stahldraht gewickelt, daß 226 Windungen pro lfd. Meter kommen. Der Durchmesser dieser Spirale beträgt 3,9 mm, das Glasrohr hat 3,8 mm freien Durchmesser. Man schmirgelt jetzt mit feinem Schmirgelpapier die Spirale ab bis sie schließend in das Glasrohr paßt. Hierdurch bekommt man eine sehr gleichmäßige Wendel, die durch den in der Mitte liegenden Stahldraht geschlossen ist, so daß das Kondensat über die ganze Länge von oben nach unten dem Dampf entgegenfließt. Wir haben mit dieser Füllung sehr gute Fraktionierungsergebnisse erreicht. Der Vakuummantel, der die Kolonne umgibt, hat in seinem Innern ein auf

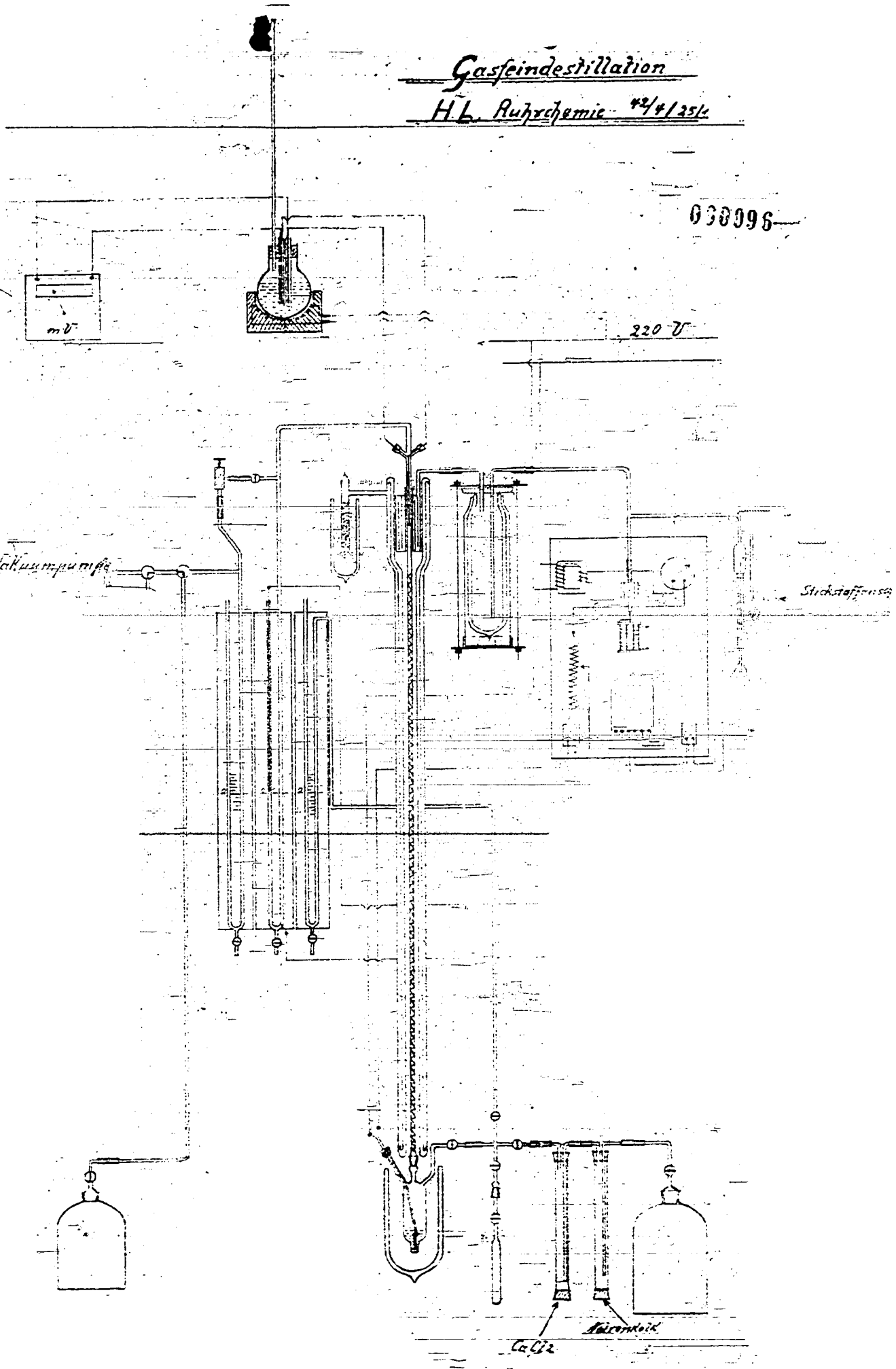
Hochglanz poliertes Aluminiumblech. Er ist sorgfältig ausgeheizt. Da das Blech aber trotzdem immer noch Gasreste abgibt, haben wir an dem Vakuummantel seitlich ein kleines Gefäß mit Aktivkohle angeschmolzen, das mit evakuiert wird und bei Betrieb der Kolonne in flüssigen Stickstoff getaucht wird. Dadurch ist immer höchstes Vakuum im Mantel gesichert. Neuartig ist die Art der Kondensation sowie die Art der Gasabnahme. Um gut reproduzierbare Siedepunkte zu erhalten, muß der Druck in der Kolonne bekanntlich einwandfrei definiert sein. Auf der anderen Seite ist es wünschenswert, eine möglichst konstante Heizung zu haben und die Kolonne maximal mit Dämpfen zu beaufschlagen, damit mit hohem Rücklaufverhältnis und entsprechend guter Trennwirkung gearbeitet werden kann. Die Abnahme der Destillate aus der Apparatur erfolgt über ein Nadelventil, dessen Stopfbüchse durch eine Ölkammer besonders geschützt ist, in evakuierte Probenahmeflaschen, die mit Schliffstopfen und Hahn versehen und über einen Schliff an die Apparatur angeschlossen sind. Durch Einstellung des Nadelventils und Beobachtung des Druckabfalles in der vorgelegten Vakuumflasche kann die Abnahme sehr konstant gehalten werden. Wir nehmen an der Regel 3 - 5 ccm Gas/Min. ab. Da die Heizung und Gasabnahme konstant ist, muß die Regelung der ganzen Apparatur über die Kondensation erfolgen. Wir haben diese Aufgabe folgendermaßen gelöst: An der Kolonne selbst ist ein Quecksilbermanometer angeschlossen, das 2 Kontakte trägt, die so eingestellt sind, daß sie sich bei entstehendem Unterdruck in der Kolonne öffnen bei entstehendem Überdruck schließen. Unter-

druck entsteht, wenn der Kondensator zu kalt ist, Überdruck, wenn er zu warm wird. Die Manometerkontakte bedienen über ein Relais ein elektromagnetisch gesteuertes Ventil, das zu einer Stickstoffdruckleitung führt. Ist das Ventil geschlossen, so strömt der Stickstoff über einen Strömungsmesser in ein mit flüssiger Luft gefülltes Dewargefäß. Er taucht hier in die flüssige Luft und kommt tiefgekühlt durch eine gut isolierte Zwischenleitung in den Kondensator. Ist das Ventil geöffnet, so entweicht der Stickstoff, ohne durch den Kondensator zu gehen, durch das Ventil. Die Kühlung des Kondensators ist so feinstufig, daß Druckschwankungen von nur einigen Zehntel Millimetern im Kolonnenkopf auftreten, so lange ein und dieselbe Fraktion destilliert. Sobald aber die Fraktion zu Ende geht, ist der Kältevorrat im Kondensator so groß, daß in der Apparatur ein deutlicher Unterdruck entsteht. Dieser Unterdruck, der ohne weiteres auch auf ein elektrisches Signal wirken kann, ist für das bedienende Personal ein Zeichen, daß die Vorlagen gewechselt werden müssen. Die Temperaturablesung in der Kolonne erfolgt über ein Millivoltmeter. Die Trennschärfe der Kolonne ist sehr gut. Es gelingt z.B. ohne weiteres, Propan - Propylen zu trennen. Auch die Trennung von Butan und iso-Butan ist leicht durchführbar. Die Trennung von 1-Butylen und iso-Butylen, die bekanntlich nur um  $0,5^{\circ}\text{C}$  auseinander sieden, gelingt zwar nicht quantitativ, immerhin aber können hier wesentliche Anreicherungen erzielt werden.

Gasfeindestillation

H.L. Rührchemie 42/4/25L

030096



Schmied