

Die automatische Regelung von Rektifikationskolonnen im Laboratorium

Von Dr. H. ABEGG

Holzverzuckerungs AG., Domat / Ems

Der erfolgreiche Betrieb von Rektifikationskolonnen im Laboratorium hängt in hohem Maße von der Einhaltung der vorgeschriebenen Destillationsbedingungen ab. Der Verfasser hat die Bedingungen in dieser Zeitschrift bereits beschrieben¹. Sie erstrecken sich auf die richtige Wahl der Destillationsgeschwindigkeit, des Rücklaufverhältnisses, auf die genaue Verfolgung der Temperaturdestillationskurve, auf die Einstellung der Mantelheizung sowie auf die Konstanthaltung des Vakuums bei Vakuumdestillationen und die richtige Kühlwasserversorgung. Die Laboratoriumsfraktionierung nimmt gewöhnlich sehr viel Zeit in Anspruch, und so ist es nicht verwunderlich, daß ein Laborant oft tagelang nichts weiter zu tun hat, als während einer einzigen Destillation alle vorgeschriebenen Bedingungen zu überprüfen und unter Umständen mühsam einzustellen. Es erhebt sich daher die Frage, ob man den notwendigerweise zeitraubenden Prozeß der Rektifikation so weit vereinfachen kann, daß während der Destillationszeit auch andere Arbeiten verrichtet werden können. Diese Frage kann in durchaus positivem Sinne beantwortet werden, da sich fast sämtliche Variablen ohne allzu großen Aufwand automatisch regeln lassen. Für die automatische Anpassung des Rücklaufverhältnisses an die Schwierigkeit der Trennung eines Stoffgemisches befindet sich eine neuartige Vorrichtung im Versuchsstadium.

I. Regelung der Destillationsgeschwindigkeit

Es soll nun der Reihe nach die Regelung der verschiedenen Variablen beschrieben werden, von denen die

Destillationsgeschwindigkeit als besonders wichtig erscheint. Da im Laboratorium gewöhnlich mit Füllkörperkolonnen gearbeitet wird, ist die Konstanz der Destillationsgeschwindigkeit von großer Bedeutung. Der Belastungsbereich einer Füllkörperkolonne ist verhältnismäßig klein. Zu hohe Belastung bringt die Kolonne zum Überfluten, während zu niedrige Belastung die Destillationszeit zu stark erhöht und unter Umständen die Wirksamkeit der Kolonne durch mangelhafte Verteilung des Rücklaufes über die Füllkörper beeinträchtigt. Die einfachste Methode, die Destillationsgeschwindigkeit konstant zu halten, besteht in der genauen Einhaltung eines bestimmten Staudruckes im Destillationskolben. Erfahrungsgemäß ist der Druckabfall längs einer Füllkörpersäule bei optimalem Durchsatz (gleichgültig, welche Größe und Form die Füllkörper haben) pro Längeneinheit annähernd konstant und beträgt ca. 7–10 cm WS/m Füllkörperschicht. Bei dieser Belastung erreicht die Kolonne ihr Optimum hinsichtlich Durchsatz und Wirksamkeit. Diese Erfahrung ermöglicht es, die Blasenheizung den optimalen Bedingungen anzupassen. Die einfachste Lösung besteht darin, ein Quecksilberkontaktmanometer zu verwenden, welches bei einem vorher festgesetzten Staudruck Kontakt gibt und die Kolbenheizung teilweise oder ganz ausschaltet.

Mit Hilfe dieser Regelung ist es ohne Schwierigkeit möglich, die Destillationsgeschwindigkeit jeweils den veränderten Verhältnissen anzupassen, wenn die physikalischen Konstanten von Dampf und Flüssigkeit sich ändern. Leider haben Quecksilber-U-Rohr-Manometer die unangenehme Eigenschaft, daß bei direkter Betätigung eines Relais durch die unvermeidlichen Unterbrechungsfunken und sonstige Einflüsse die Queck-

¹ H. ABEGG, *Chimia* 2, 133 (1948).

silberoberfläche rasch verschmutzt, wobei die Kontaktgabe nicht mehr präzise ist. Außerdem ist der Staudruck einer normalen Rektifikationssäule von 1,60 m Länge mit nur etwa 15 cm WS, entsprechend ca. 12 mm Quecksilbersäule, reichlich klein, um eine ausgeglichene Regelung zu gestatten. Es besteht nun die Möglichkeit, eine andere Kontaktflüssigkeit mit niedrigerem spezifischem Gewicht zu verwenden, z. B. Glykol², doch ist hierzu ein sehr empfindliches Relais notwendig, dessen Stromaufnahme entsprechend der sehr geringen Leitfähigkeit des Glykols nur wenige Mikro-Ampère betragen darf. Als sehr zuverlässig hat sich die Kombination eines glykolgefüllten U-Rohres mit einem Glimmrelais erwiesen. Zur Erhöhung der Leitfähigkeit des Glykols kann man einen Tropfen konzentrierter Schwefelsäure zusetzen, wobei man gleichzeitig im Glykol ein wenig Methylrot auflöst, damit die Kontaktflüssigkeit im U-Rohr sichtbar gefärbt wird.

Das Glimmrelais besteht in der neueren Ausführung nur noch aus einer Glimmlampe mit Kaltkathode, Anode und Steuerelektrode sowie einem der Glimmröhre angepassten Arbeitsstromrelais mit einer zusätzlichen kurzgeschlossenen Wicklung gegen Flattern. Da die zulässige Kontaktbelastung des von der Glimmröhre betätigten Relais gewöhnlich recht klein ist, wird durch dieses Relais ein stärkeres betätigt, welches dann seinerseits die Ein- und Ausschaltung der Heizung vornimmt. Besonders gut eignet sich hierzu ein Verzögerungsrelais mit einer Verzögerungszeit von einigen Sekunden, da so das Relais bei stoßweisem Sieden des Blaseninhaltes nicht bei jedem Stoß Kontakt gibt (Abb. 1).

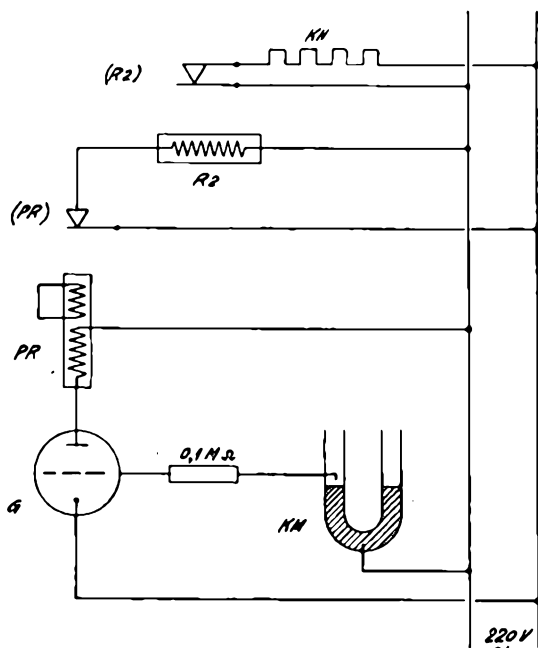


Abb. 1. Automatische Regulierung der Kolbenheizung

G Glimmröhre, PR Primärrelais, R2 Sekundärrelais, KM Kontaktmanometer, KH Kolbenheizung

² W. J. RUNKEL und D. M. OLDROYD, Ind. Eng. Chem. (Annl. Ed.) 18, 81 (1946).

Die oben beschriebene Einrichtung hat sich als im höchsten Maße zuverlässig erwiesen. Der Verfasser hat mehrere derartige Glimmrelais ständig im Betrieb, und es sind in zwei Jahren keinerlei Störungen vorgekommen. Für den Fall, daß die Grundheizung falsch eingestellt wurde oder daß bei Versagen des Vakuumreglers bei Vakuumdestillationen die Verdampfung aus der Blase und damit der Staudruck zu stark zu- oder abnimmt, besteht noch die Möglichkeit, eine Sicherung in das System einzuschalten, welche die gesamte Heizung ausschaltet, wenn der Blasendruck zu hoch oder zu niedrig ist. Diese Sicherung besteht in einem zweiten glykolgefüllten U-Rohr mit Maximum- und Minimumkontakt, welches dem U-Rohr zur Staudruckregelung parallelgeschaltet wird. Die Kontakte dieses U-Rohres betätigen ein Glimmrelais, welches auf einen Stromimpuls hin die gesamte Heizung ausschaltet, wobei jedoch das Sekundärrelais bei Freigabe des Kontaktes nicht wieder einschalten darf, da andernfalls die Regelung von diesem Sicherungsmanometer übernommen und der Blasendruck dauernd zu hoch oder zu niedrig gehalten würde. Hierbei wird die Spule des Sekundärrelais bei angezogenem Anker durch ein Kontaktpaar des Relais selber erregt. Der Arbeitskontakt des Primärrelais wird diesem Kontaktpaar parallelgeschaltet, wobei in die Speiseleitung zum Relais ein Unterbrecherdruckknopf eingefügt ist, der nach Behebung der Störung das Relais wieder zu entriegeln erlaubt (Abb. 2).

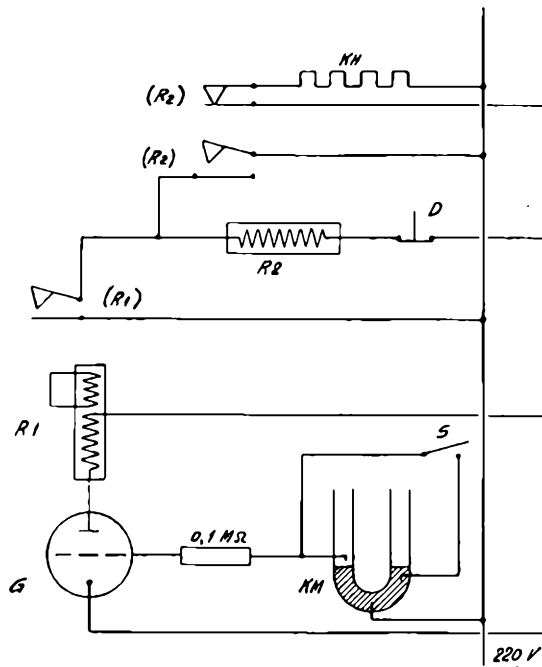


Abb. 2. Differenzdrucksicherung

G Glimmröhre, R1 Primärrelais, R2 Sekundärrelais, KM Kontaktmanometer, KH Kolbenheizung, D Drucktaste, S Ausschalter

Ein Ausschalter in der Leitung zum Minimumkontakt ermöglicht die Inbetriebnahme der Heizung bei dem Staudruck Null.

Ob man die gesamte Kolbenheizung ein- und ausschaltet oder ob man mit einer Grund- und einer Zusatzheizung arbeiten soll, hängt von der Art der Beheizung ab, je nachdem, ob man mit einer Flüssigkeitsbad- oder Luftheizung arbeitet. Zweckmäßig ist es allerdings wohl immer, nur einen Teil der Heizung ein- und auszuschalten. Das Heizungssystem könnte demnach mit Festwiderständen versehen sein, die durch einen Stufenschalter eingeschaltet werden können. Durch einen andern auf der gleichen Achse befestigten Stufenschalter kann ebenfalls über eine Reihe von Festwiderständen zu jeder der Grundheizungsstufen eine passende Regelung gleichzeitig eingeschaltet werden, so daß in jeder Schalterstellung etwa 30 % der Heizleistung geregelt werden. Bequemer ist die Verwendung eines Reguliertransformators, wobei die Automatik einen Teil des Heizwiderstands über eine Anzapfung kurzschließt bzw. öffnet. Die Funktion der Regelung kann mit einer Signallämpfe verfolgt werden.

Ein vielumstrittener Punkt ist weiterhin die Anordnung des Staudruckmanometers. Es sind hierzu verschiedene sinnreiche Vorrichtungen vorgeschlagen worden³. Die Hauptschwierigkeit grundsätzlicher Art besteht darin, daß die Dämpfe aus dem Destillationskolben unter Verdrängung der in der Manometerleitung enthaltenen Luft leicht bis in das U-Rohr steigen können, wobei natürlich Druckablesung und Regelung unmöglich werden. Wichtig ist vor allem, daß das U-Rohr höher montiert wird als der Druckabnahmestutzen des Kolbens. Das Eindringen von Dämpfen kann hierbei wirksam verhindert werden, wenn man für eine sehr gute Wärmeisolation, einen großen Querschnitt und ein genügendes Gefälle der Druckübertragungsleitung sorgt. Ein künstliches Kühlen der Manometerleitung (um das Eindringen von Dämpfen in das U-Rohr zu verhindern) bewirkt gerade das Gegenteil, da die Dämpfe durch die Kühlung angezogen werden und das Kondensat gegen die Dampfströmung meistens nicht abfließen kann und so die Leitung verstopft.

II. Die Temperaturmessung

Eine Rektifikation ist naturgemäß nur unter genauer Verfolgung der Kopf-temperatur der Kolonne oder irgendeiner geeigneten physikalischen Eigenschaft, wie Dichte, Brechungsindex, Dielektrizitätskonstante des Destillats, möglich. Zur Temperaturmessung werden in einfachen Fällen Quecksilberthermometer verwandt, die allerdings bei höheren Kolonnen nur mühsam mit genügender Sorgfalt abgelesen werden können. Auch müssen hierbei die Kolonnenköpfe verhältnismäßig groß sein, damit das gesamte Thermometer vom Dampf umspült werden kann, wenn man nicht bei einem eingesetzten Thermometer eine Fadenkorrektur anbringen will. Zweckmäßig wird immer die elektrische Temperaturmessung sein. Ob man Widerstandsthermometer oder Thermoelemente verwendet, hängt vom einzelnen Fall

(z. B. der Größe der Kolonne) und von den Kosten ab, die man aufwenden will. Thermoelemente haben den Vorzug der einfachen Installation und eines geringen Platzbedarfs. Ihre Herstellung und die dazu erforderlichen Meßgeräte sind billig. Widerstandsthermometer und die dazu gehörigen Ablesegeräte sind hingegen relativ kostspielig, gestatten aber eine erheblich genauere Temperaturmessung als Thermoelemente. Auch ist es möglich, mit den verschiedensten und stark auseinandergezogenen Meßbereichen zu arbeiten. Ein auf eine Bezugstemperatur eingestellter zweiter Fühler wie bei Verwendung von Thermoelementen ist nicht notwendig. Allerdings ist der Platzbedarf eines Widerstandsthermometers größer, so daß man in kleinen analytischen Kolonnen notgedrungen nur mit Thermoelementen arbeiten kann. Wo immer möglich, sollte man jedoch Widerstandsthermometer wegen der guten Reproduzierbarkeit der Temperatur und wegen ihrer hohen Eichgenauigkeit verwenden. Zur automatischen Aufzeichnung der Temperatur nimmt man einen gewöhnlichen Fallbügelschreiber in Drehspul- (bei Thermoelementen) bzw. Kreuzspul- (bei Widerstandsthermometern) oder bei erhöhten Ansprüchen an die Genauigkeit auch zur Registrierung ein selbstabgleichendes Potentiometer bzw. eine selbstabgleichende Meßbrücke. Die Genauigkeit der Fallbügelschreiber ist etwa 1 % vom Skalenbereich, bei selbstabgleichenden Potentiometern und Meßbrücken dagegen 0,3 %. Registrierende Potentiometer und Widerstandsmeßbrücken sind andererseits ganz erheblich kostspieliger als Fallbügelschreiber, und bei sorgfältiger Auswahl der einzelnen Komponenten der Temperaturmessung und bei eventueller Eichung ergeben auch die Fallbügelschreiber genügend genaue Resultate. Im allgemeinen kommt man mit drei Temperaturmeßstellen aus; sie betreffen die Kopf-, die Kolben- und die Manteltemperatur. Falls die Mantelheizung aus mehreren voneinander unabhängigen Sektionen besteht, erhöht sich entsprechend die Zahl der Meßpunkte. Widerstandsthermometer aus in Hartglas eingeschmolzenem Platindraht können ohne Schutzhülle in den Kolonnenkopf eingebaut werden, wenn man dafür sorgt, daß die Ableitungsdrähte durch eine aufgekittete Hülse geschützt werden. Sicherer jedoch ist das Einsetzen in ein mit Schliff versehenes Glasrohr, weil dabei die Schwierigkeiten einer einwandfreien Verkittung des Widerstandsthermometers mit der Metallhülse fortfallen. Da die Destillationstemperatur sich sowieso nur sehr langsam verändert, wird ohnehin keine große Ansprechgeschwindigkeit verlangt. Der Wärmeübergang vom Glasrohr zum Widerstandselement kann bedeutend erhöht werden, wenn man Quecksilber oder notfalls Öl in das Glasrohr gibt. Zu beachten ist, daß nur so viel Quecksilber eingefüllt wird, daß das sich ausdehnende Metall bei der höchsten Temperatur gerade die Ableitungsdrähte nicht berührt. Thermoelemente müssen wegen Korrosionsgefahr grundsätzlich im Schutzrohr angewandt werden.

³ II. STAGE, Chem.-Ing.-Techn., 22, 374 (1950).

III. Regelung der Mantelheizung

Wenn man eine Kolonne mit Hochvakuumisolation verwendet, benötigt man in manchen Fällen keine zusätzliche Mantelheizung. Ist jedoch der Hochvakuummantel nicht erstklassig oder hat die Kolonne einen kleineren Durchmesser als etwa 25 mm, sollte man unbedingt eine Mantelheizung hinzuziehen, welche dann aber nur verhältnismäßig grob eingestellt zu werden braucht, da die Hauptisolation durch den Hochvakuummantel erfolgt. Hierbei erübrigt sich eine automatische Regelung der Mantelheizung. Man hat nur die Temperatur zu verfolgen und gelegentlich im Verlaufe der Destillation die Heizung nachzustellen, wobei Fehleinstellungen bis zu $\pm 40^\circ$ durchaus erlaubt sind. Besitzt man keine Hochvakuumisolation, so ist man gezwungen, die Mantelheizung sehr sorgfältig dem Temperaturgefälle der Kolonne anzupassen. Man kommt dann auch gewöhnlich nicht mit einer Mantelheizung aus, welche sich über die ganze Kolonne erstreckt, sondern muß mindestens zwei, wenn nicht mehr Unterteilungen vornehmen, wobei die einzelnen Sektionen so beheizt werden müssen, daß die Manteltemperatur nur um wenige Grade von der Temperatur im Innern der Kolonne abweicht. Wie man leicht sieht, ist die genaue Einhaltung der Temperatur der einzelnen Heizsektionen außerordentlich kompliziert, und eine automatische Regelung ist wohl gerade hier gebieterisch notwendig. Die Automatisierung der Mantelheizung läßt sich relativ einfach gestalten, indem man nach einem Vorschlag von KOLLING und TRAMM⁴ mit einem Luftdifferentialthermometer arbeitet. Hiernach verbindet man einen mit Luft gefüllten Fühler innerhalb der Kolonne mit einem gleichen Fühler im Kolonnenmantel über ein U-Rohr, welches Quecksilber als Kontaktgeber enthält. Wenn die Temperaturen an beiden Fühlern gleich sind, befindet sich das Quecksilber des U-Rohres in beiden Schenkeln in der gleichen Höhe, wobei kein Kontakt gegeben wird. Steigt die Temperatur innerhalb der Kolonne, so entsteht ein Differenzdruck, hervorgerufen durch die Temperaturdifferenz des Mantels und des Kolonneninnern, wobei das Quecksilber Kontakt gibt und über ein Relais die Mantelheizung solange einschaltet, bis die Temperatur beider Fühler wieder gleich ist. Diese Regelung ist jedoch nur annehmbar, wenn die Mantelheizung nur aus einer Sektion besteht, da die Fühler zu groß für das Innere des Kolonnenrohrs sind und daher die Heizung nur auf die Kopftemperatur abgeglichen werden kann. In etwas kostspieligerer Weise und wenn mehrere Sektionen geregelt werden sollen, kann man auch mit Thermoelementen über einen elektrischen Temperaturregler (z. B. Fallbügelregler) arbeiten, wobei gleichzeitig die Temperaturdifferenz zwischen Mantel und Kolonneninnerem angezeigt wird (Abb. 3). Diese Regelung ist wegen der annähernden Punktförmigkeit der Temperaturfühler korrekter als diejenige mit Luftthermometern, da diese

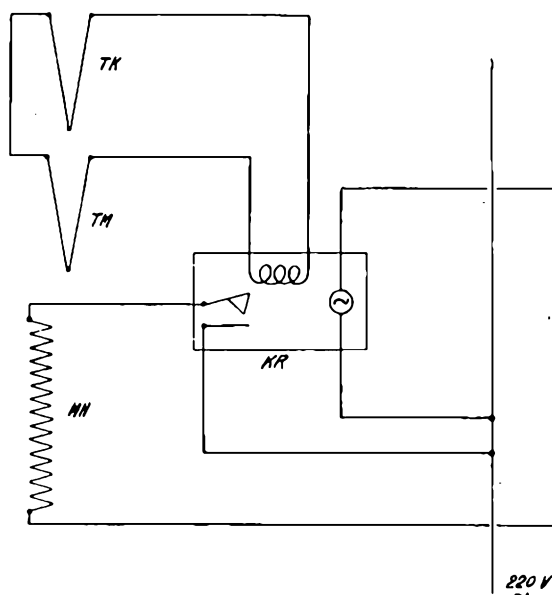


Abb. 3. Automatische Regelung der Mantelheizung
TK Thermoelement im Kolonnenkopf, TM Thermoelement an Mantelheizung, MH Mantelheizung, KR Kleinregler

infolge ihrer größeren Länge nur einen Temperaturdurchschnittswert ergeben und man daher bei großem Temperaturgefälle mit erheblichen Fehleinstellungen rechnen muß. Selbstverständlich muß jede Heizsektion ihre eigene Regelung erhalten, wodurch das System unter Umständen recht kompliziert wird.

IV. Die Regelung des Rücklaufverhältnisses

Bei einfachen Rektifikationskolonnen erfolgt die Destillatabnahme gewöhnlich durch Glashähne. Die Destillationsköpfe sind dann zweckmäßigerweise so ausgebildet, daß der gesamte Dampf vollkommen niedergeschlagen wird und die Flüssigkeit von einer sichtbaren Tropfspitze in die Kolonne zurückfließt. Durch Abzählung der Tropfen von Rücklauf und hiervon abgezweigtem Destillat in der Zeiteinheit kann mittels des Glashahns zur Destillatabnahme jedes gewünschte Rücklaufverhältnis eingestellt werden. Dieses Verfahren weist verschiedene Nachteile auf. Einmal ist eine dauernde Kontrolle mit der Stoppuhr notwendig, wobei bei größeren Kolonnen wegen des größeren Durchsatzes die Zählung der Rücklauftropfen zur Unmöglichkeit wird, dann aber ändern sich auch während der Destillation fortlaufend die Eigenschaften des flüssigen Produktes, wobei je nach Viskosität mehr oder weniger durch den fest eingestellten Glashahn fließt. Ferner muß die Bohrung des Glashahns so ausgebildet sein, daß die Möglichkeit besteht, auch sehr hohe Rücklaufverhältnisse, d. h. sehr kleine Destillatabnahmen, einzustellen. Die Bohrung ist dann so klein, daß die geringsten Fett- oder Schmutzteile den Durchgang behindern oder unmöglich machen. Weiterhin ist es sehr nachteilig, daß zweiphasige Flüssigkeiten die enge Bohrung gewöhnlich verstopfen. Selbst wenn keine regulären zweiphasigen Gemische

⁴ H. KOLLING und H. TRAMM, Chem.-Ing.-Techn. 21, 9 (1949).

nach der Kondensation vorliegen, kann die geringste Menge Wasser bei der Destillation wasserunlöslicher Stoffe einen Wassertropfen an der Hahnbohrung bilden, welcher den Hahn vollkommen verstopft. Es ist daher unumgänglich, das mit dem Hahn eingestellte Rücklaufverhältnis in kurzen Abständen fortlaufend zu kontrollieren bzw. Schmutz und Wasser aus der Bohrung zu entfernen.

Seit einigen Jahren hat sich nun, besonders in den Vereinigten Staaten, die intermittierende Abnahme des Destillates durch magnetisch betätigte Vorrichtungen, jedenfalls bei größeren Laboratoriumsapparaten, fast vollkommen durchgesetzt. Die Anordnung gestattet nicht nur, ein vollkommen korrektes Rücklaufverhältnis während der ganzen Destillation aufrechtzuerhalten, sondern auch ohne weiteres zweiphasig kondensierende Gemische zu verarbeiten. Je nach den Gegebenheiten verwendet man einen Destillationskopf, welcher den Dampf oder das Kondensat im vorgeschriebenen Rücklaufverhältnis in Destillat und Rücklauf aufteilt. Im allgemeinen wird man die Aufteilung des Dampfes wegen der einfacheren Anordnung vorziehen. Nach diesem Prinzip werden die Dämpfe während der Rücklaufperiode im Kondensator vollkommen niedergeschlagen und fließen als Kondensat in die Kolonne zurück. Dies ist die Periode des totalen Rücklaufs. In bestimmten Zeitabständen wird durch ein magnetisch betätigtes Kugelventil der Weg der Dämpfe zum Kondensator verschlossen und gleichzeitig der vorher verschlossene Weg zum Destillatkühler geöffnet. Die gesamten Dämpfe strömen dann durch den Destillatkühler in die Vorlage (Abb. 4). Außer dem magnetisch betätigten Ventil und der Magnetspule benötigt man also einen Impulsgeber (timer), welcher in einem festgesetzten Zyklus (z. B. 1 Minute)

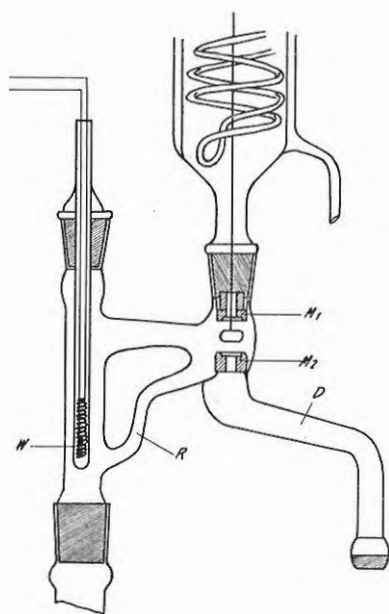


Abb. 4. Kolonnenkopf

W Widerstandsthermometer, R Rücklaufleitung, D Destillatleitung
M₁ + M₂ Einsätze aus nichtrostendem Stahl

der Magnetspule während einer einstellbaren Zeit Strom zuführt. Die Konstanz des Rücklaufverhältnisses ist somit durch die Genauigkeit der Zeitimpulse des Impulsgebers gegeben.

Bei der Aufteilung des Kondensates in Rücklauf und Destillat kann man so verfahren, daß man durch eine bewegliche, mit einem eingeschmolzenen Eisenkern versehene Abtropfspitze während der Rücklaufperiode das gesamte Kondensat in die Kolonne zurücktropfen läßt, während die Abtropfspitze bei der Destillatabnahme durch einen Elektromagneten über eine Öffnung bewegt wird, durch welche das Destillat abfließen kann. Diese Anordnung bewährt sich besonders bei kleineren Kolonnen für analytische Zwecke.

Im Laufe der Jahre wurde eine größere Anzahl von Vorschlägen für die magnetisch betätigte Abnahme des Destillates gemacht^{6, 9, 7, 8}, deren Ausführung sich nach dem gegebenen Fall richtet. Als Impulsgeber verwendet man entweder mit Synchronmotoren angetriebene Aggregate oder elektronische Timer^{9, 10}, welche in bestimmten Zeitabständen, die gewöhnlich 60 Sekunden betragen, während einer einstellbaren Zeit Strom auf den Magneten des umsteuerbaren Ventils geben. Häufig werden auch Timer verwendet, welche gestatten, sowohl die Öffnungszeit wie auch die Schließungszeit getrennt zu regulieren. Für die Magnetspule verwendet man zweckmäßig Gleichstrom, da bei Wechselstrom durch das unvermeidliche Spiel des Eisenkerns im Glasrohr unangenehme Geräusche entstehen können. Die Öffnungszeit kann durch eine Signallampe angezeigt werden.

Die oben beschriebene magnetische Abnahme erlaubt noch eine weitere Erleichterung. Versieht man das Temperaturregistrierinstrument mit einem Maximalkontakt, der bei Erreichung einer bestimmten einstellbaren Kopftemperatur den Stromkreis zum Magnetventil unterbricht, so kann man unbesorgt während einer Hauptfraktion mit einem niedrigen Rücklaufverhältnis, also hoher Destillatabnahme, arbeiten und verpaßt dennoch nicht den Anstieg der Temperatur bei Abnahme der Zwischenfraktion, während welcher bekanntlich mit einem höheren Rücklaufverhältnis gearbeitet werden muß. Wenn man beispielsweise Methanol und Äthanol zu trennen hat, so wird man während der Periode konstanter Temperatur reines Methanol bei niedrigem Rücklaufverhältnis abnehmen und gleichzeitig den Kontakt auf einen etwas höheren Temperaturwert einregulieren. Wenn infolge Verarmung des Gemisches an leichter siedendem Methanol während der Destillation die Rücklaufmenge nicht mehr reicht, um diese Temperatur

⁵ F. C. COLLINS und V. LANTZ, *Ind. Eng. Chem. (Anal. Ed.)* 18, 673 (1946).

⁶ KIESELBACH, *Anal. Chem.* 19, 815 (1947).

⁷ C. K. DONNELL und R. M. KENNEDY, *Proc. Amer. Petr. Inst.* 26 (III), 23 (1946).

⁸ H. J. HALL und F. L. JONACH, *Proc. Amer. Petr. Inst.* 26 (III), 48 (1946).

⁹ R. B. HARVEY, *Ind. Eng. Chem. (Anal. Ed.)* 18, 331 (1946).

¹⁰ H. E. FISCHER, *Anal. Chem.* 20, 982 (1948).

zu halten, und diese infolgedessen ansteigt, so schaltet sich automatisch die Destillatabnahme ab, wobei man diese Abschaltung mit einer Alarmglocke verbinden kann, die das Bedienungspersonal auf die Erreichung der Temperaturgrenze aufmerksam macht. Nach Höher setzen der Temperatureinstellung am Registrierinstrument kann dann die Destillation mit hohem Rücklaufverhältnis fortgesetzt werden. Diese Einrichtung erlaubt also, während der Destillationszeit andere Arbeiten zu verrichten und damit erhebliche Zeit einzusparen, ohne daß der wichtige Temperaturanstieg während der Zwischenfraktion übersehen wird.

V. Die Registrierung der anfallenden Destillatmenge

Für analytische Destillationen wäre eine automatische Registrierung der anfallenden Destillatmengen wünschenswert. Allerdings ist bisher in der Literatur kein wirklich brauchbarer Vorschlag zur Registrierung kleiner Flüssigkeitsmengen ohne Rücksicht auf wechselnde physikalische Konstanten, wie Dichte, Viskosität, Dielektrizitätskonstante usw., gemacht worden. Gerade während einer Destillation können sich aber diese Konstanten in hohem Maße verändern, da man es je nach Zahl der Fraktionen mit Produkten verschiedener Art zu tun hat. Alle Methoden, die auf der Basis des vom Stand abhängigen Flüssigkeitsdruckes beruhen, sind daher nicht anwendbar, da die Dichten der Destillate inkonstant sein können. Aus dem gleichen Grunde sind kapazitive Standmessungen wie auch Leitfähigkeitsmessungen und dergleichen unbrauchbar. Die Messung muß jedenfalls von der zu messenden Größe, dem Volumen, direkt ausgehen. Der Verfasser hat daher Versuche mittels einer Sperschichtphotozelle durchgeführt, welche das Problem auf einfache Weise lösen können. Hierbei schwimmt eine sehr dünne, mit weißem Papier beklebte oder weiß angestrichene Korkscheibe mittels eines zentralen Drahtes zentriert auf der Destillatoberfläche und wird von oben seitlich von einer Lichtquelle beleuchtet. Neben der Lichtquelle, ebenfalls seitlich der Zentrierung, wird eine Sperschichtphotozelle angeordnet, welche je nach Flüssigkeitsstand mehr oder weniger von der diffus zurückstrahlenden Korkscheibe beleuchtet wird. Der durch die Sperschichtphotozelle erzeugte Strom kann mittels eines Fallbügel-schreibers registriert werden. Um die nichtlineare Abhängigkeit der Rückstrahlung zu kompensieren, kann man der Destillatvorlage eine solche Form geben, daß sie sich nach unten verjüngt, so daß die Abhängigkeit der Beleuchtungsstärke von der Destillatmenge linear ist.

VI. Die Regelung des Vakuums

Bei Vakuumdestillationen ist die Konstanz des Druckes von Bedeutung, da bereits geringe Druckänderungen das Destillationsgleichgewicht der Kolonne stören und eine genaue Beurteilung der Temperaturdestillatvolumenkurve unmöglich machen. Gewöhnlich ver-

wendet man Kontaktmanometer, die bei Erreichen eines bestimmten Unterdrucks durch einen Kontakt entweder direkt oder über ein Relais ein elektrisches Lufteinlaßventil öffnen. Der Verfasser hat eine solche Vorrichtung mit dem oben beschriebenen Glimmrelais ausgeführt. Sie besteht aus einem Glykol-U-Rohr-Manometer, dessen einer Schenkel teilweise stark erweitert ist. Beide Schenkel laufen oben zusammen und sind mit dem Vakuumsystem verbunden. Der stark erweiterte Schenkel kann oberhalb der Erweiterung durch einen Hahn verschlossen werden. In dem engen Schenkel des Manometers befinden sich eingeschmolzene Kontaktdrähte. Das Manometer wird mit Glykol soweit gefüllt, daß die beiden Kontaktdrähte nicht bedeckt sind (Abb. 5).

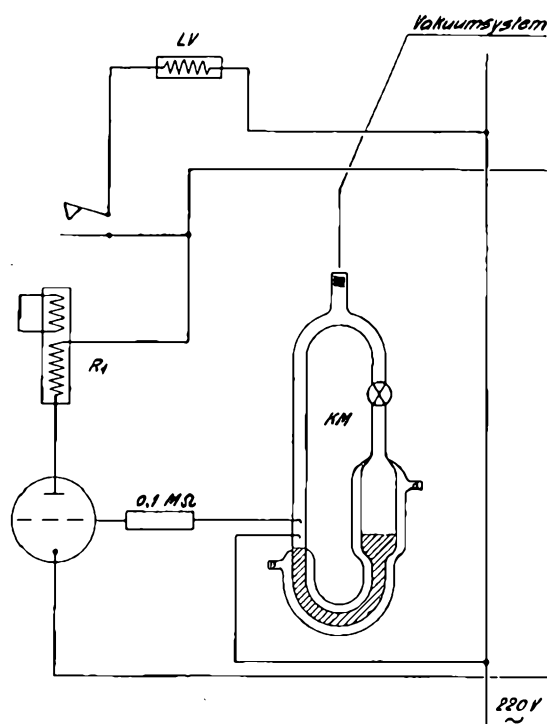


Abb. 5. Elektrische Vakuumregulierung

G Glimmröhre, R1 Primärrelais, LV magnetisches Lufteinlaßventil, KM Kontaktmanometer

Die Apparatur wird unter Beobachtung eines Quecksilbermanometers evakuiert, wobei man den Hahn oberhalb des erweiterten Schenkels des Glykolmanometers offenläßt und so den Druck in beiden Schenkeln gleich hält. Bei Erreichung des gewünschten Druckes wird der Hahn geschlossen, wobei in dem mit Kontakten versehenen Schenkel bei weiterer Evakuierung das Glykol steigt und die Kontakte kurz schließt. Über das bereits beschriebene Glimmrelais wird nun ein Lufteinlaßventil, dessen Durchgang zweckmäßigerweise mit einem ganz feinen Nadelventil eingestellt werden kann, betätigt. Der erweiterte Schenkel des Manometers, der das Bezugsgasvolumen enthält, sollte auf möglichst konstanter Temperatur gehalten werden, da Temperaturänderungen naturgemäß Druckänderungen und damit propor-

tional eine Verschiebung des eingestellten Vakuums bewirken. Um die Komplikation des Anbringens eines Thermostaten zu umgehen, läßt man das in die Destillationsapparatur eintretende Kühlwasser, noch bevor es durch irgendwelche andere Teile der Apparatur, wie Kondensatoren und Kühler, läuft, durch einen Kühlmantel um diesen erweiterten Schenkel fließen. Normalerweise ist hierbei bei einigermaßen gleichbleibender Wasserbelastung die Temperatur als hinreichend konstant zu betrachten. Jedenfalls sind die Abweichungen so klein und stellen sich gewöhnlich so langsam ein, daß eine gelegentliche Nachkontrolle genügt. Die Konstanz dieses Vakuumreglers mit Glykolfüllung übertrifft diejenige des Quecksilberkontaktmanometers bei weitem, da die Veränderung des Glykolstandes im Manometer natürlich entsprechend dem etwa 12mal kleineren spezifischen Gewichtes bei Druckänderungen auch etwa 12mal so groß ist. Bei der Konstruktion ist zu beachten, daß die Genauigkeit dieses Kontaktmanometers um so größer ist, je größer man das Bezugsvolumen im erweiterten Schenkel und je kleiner man die lichte Weite des Kontaktschenkels wählt.

Seit einigen Jahren sind in den Vereinigten Staaten die sogenannten «Cartesian Manostats» im Handel. Diese Manostaten sind tatsächlich für Vakuumarbeiten im Laboratorium außerordentlich brauchbar. Sie enthalten keine elektrischen Teile, und ihre Regelgenauigkeit ist je nach der Präzision der Ausführung ungewöhnlich hoch. Der Manostat besteht aus einem zylindrischen Mantel, der genauigkeitshalber zweckmäßig aus Metall angefertigt wird und durch welchen unten heraus geführt und oben offen zentral ein Rohr verläuft. Der

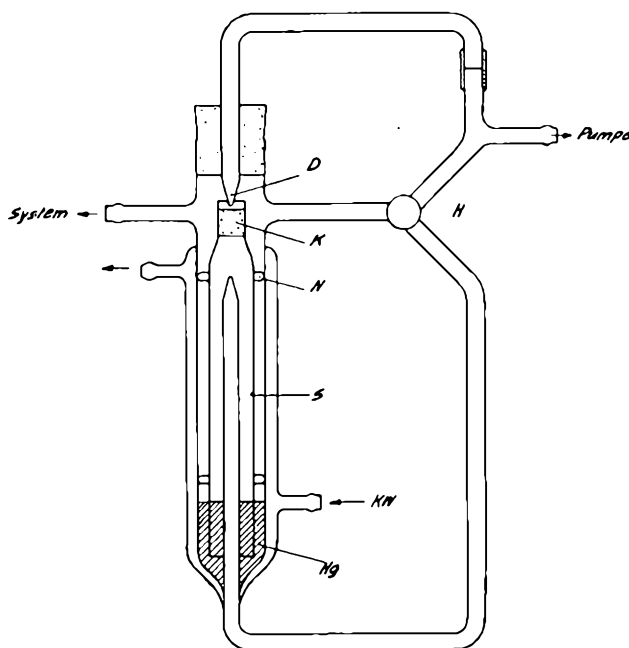


Abb. 6. Cartesischer Manostat

D Düse, K Gummidichtung, N Führungsnasen, S Schwimmer, KW Kühlwasser, Hg Quecksilber, H Dreiweghahn

Mantel wird mit wenig Quecksilber gefüllt und über das Zentralrohr eine ziemlich eng in den zylindrischen Mantel eingepaßte aber noch leicht bewegliche Glocke, ebenfalls aus Metall, gesetzt. Die Glocke enthält oben ein Gummiplättchen, über welchem sich eine Düse befindet (Abb. 6). Das zu evakuierende System wird an den Raum zwischen Mantel und Glocke angeschlossen und evakuiert, im einfachsten Falle durch die Düse. Vor der Düsenöffnung, nach der Pumpenseite zu, befindet sich eine Abzweigung, welche über einen Hahn mit dem Zentralrohr unterhalb der Glocke verbunden ist. Die Inbetriebnahme erfolgt nun so, daß man diesen Hahn öffnet und das System nach einem Vergleichsmanometer evakuiert. Dabei wird sowohl das System mit dem direkt verbundenen Außenraum der Glocke wie auch deren Innenraum in gleichem Maße ausgepumpt. Ist der gewünschte Unterdruck erreicht, wird der Hahn geschlossen, wobei der Druck im Raum unterhalb der Glocke von nun an konstant bleibt. Bei weiterem Pumpen ergibt sich daher ein Differenzdruck zwischen Innen- und Außenraum der Glocke, und das Quecksilber wird außerhalb der Glocke höher stehen als innerhalb. Dadurch beginnt sich die Glocke zu heben und mittels des Gummiplättchens die Düse zu schließen, so daß jede weitere Evakuierung unterbunden wird. Wenn der Druck im System durch Undichtigkeiten oder einen künstlichen Lufteinlaß dem Druck unter der Glocke etwa wieder gleich wird, senkt sich die Glocke und gibt die Düse wieder frei, wobei das System von neuem evakuiert wird. Ein Dreiweghahn gestattet die Evakuierung bis zum gewünschten Wert unter Umgehung der Düse.

Nach Berechnungen von R. GILMONT¹¹ ist die Regelgenauigkeit abhängig von dem Verhältnis der Fläche unterhalb der Glocke zu der Fläche des Spaltes zwischen Glocke und Mantel sowie auch von der Größe der Düse. Das Flächenverhältnis soll möglichst groß, die Düse dagegen so klein sein, daß noch eine genügende Sauggeschwindigkeit verbleibt. Die ganze Apparatur läßt sich natürlich auch aus Glas anfertigen, wenn einigermaßen genau gearbeitet wird. Bei nicht ganz runden Glasröhren muß allerdings die Fläche des Spaltes zwischen Glocke und Mantel verhältnismäßig groß gewählt werden, worunter die Genauigkeit leidet. In den Vereinigten Staaten wird dieser cartesische Manostat mit verschiedenen Verbesserungen in Metallausführung für Laboratoriumszwecke in den Handel gebracht. Eine Verbesserung besteht beispielsweise darin, daß man die Düse in ihrer Höhe während des Betriebes verstellen kann. Man hat somit eine Möglichkeit zur Korrektur der Einstellung, falls nach dem Abschluß des Bezugsvakuums der Druck nicht genau den gewünschten Wert erreicht. Ferner ist durch eine Neuerung gewährleistet, daß auch nach Lufteinbrüchen bis zu Atmosphärendruck das Bezugsvakuum unverändert beibehalten wird. Ebenso wie beim Glykolmanometer ist natürlich auch hier

¹¹ R. GILMONT, Ind. Eng. Chem. (Anal. Ed.) 18, 633 (1946); Anal. Chem. 23, 157 (1951).

auf Temperaturkonstanz zu achten, die bei dem in Metall ausgeführten Modell durch einfaches Überschieben eines Metallkühlmantels und Abdichten mittels Gummiringen erreicht werden kann. Auf diese Weise kann eine Genauigkeit der Druckhaltung von $\pm 0,1$ mm im Bereich von 10–100 mm Hg erhalten werden.

Es ist zweckmäßig, in allen Vakuumsystemen von Destillationskolonnen eine Sicherung gegen plötzliche Luftleinbrüche anzubringen. Diese besteht aus einem einfachen Quecksilberkontaktmanometer, in gleicher Form wie das bereits erwähnte Glykolmanometer zur elektrischen Vakuumregelung, welches bei Abweichung des Druckes in der Apparatur vom eingestellten Wert Kontakt gibt. Durch den Kontakt wird über ein Relais die Kolbenheizung ausgeschaltet. Sie bleibt auch nach Wiederherstellung des gewünschten Vakuums ausgeschaltet, bis das Ausschaltrelais durch eine Entriegelung wieder freigegeben wird.

VII. Sicherung gegen Ausfall von Kühlwasser

Sehr unangenehm ist bei Rektifikationen die Möglichkeit eines Kühlwasserausfalls oder Kühlwassermangels. Der Verfasser hat in seine Destillationsapparaturen eine einfache Sicherung eingesetzt. Hierbei wird der Wasserstrom verzweigt und lastet auf dem einen Schenkel eines Quecksilber-U-Rohres, wobei das Wasser dicht über der Quecksilberoberfläche durch einen einstellbaren Hahn abfließen kann (Abb. 7). Bei Kühlwasserausfall oder

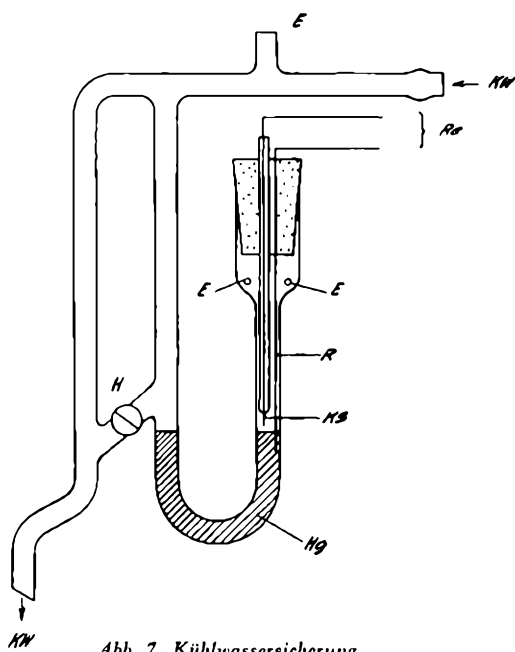


Abb. 7. Kühlwassersicherung

Hg Quecksilber, KS Kontaktspitze, KW Kühlwasser, E Entlüftung, Re zum Relais, R Stahldraht, H Absperrhahn

Kühlwassermangel läuft diese Wassermenge durch den mehr oder weniger geöffneten Hahn ab und läßt somit das Quecksilber in diesem Schenkel steigen, im andern fallen. Durch ein Ruhestromrelais wird die Kolben-

heizung ausgeschaltet. Sie bleibt stromlos, auch wenn das Kühlwasser wieder zu laufen beginnt.

Alle diese Sicherungen wie diejenigen gegen zu hohen Staudruck, gegen Veränderung des eingestellten Vakuums und Wasserausfall können auf das gleiche Relais wirken, welches dann seinerseits die Kolbenheizung unterbricht. Das Relais ist absichtlich so ausgebildet, daß die Kolbenheizung bereits auf einen Stromimpuls hin ausgeschaltet wird und stromlos bleibt, weil anderenfalls je nachdem, ob etwas mehr oder weniger Wasser vorhanden ist, je nach den Schwankungen des Vakuums oder des Kolbenüberdruckes die Kolbenheizung in ständigem Wechsel aus- und eingeschaltet würde, wobei eine solche scheinbare Regelung infolge ihrer Grobheit für feinere Rektifikationen unbrauchbar wäre. Außerdem würde bei längeren Störungen das Destillationsgleichgewicht so verändert werden, daß ein selbständiges Anlaufen der Apparatur nur schädlich wirken kann.

VIII. Kühlwasserthermostat

Sehr unangenehm ist bei Destillationen das Erstarren von Flüssigkeiten, deren Schmelzpunkt oberhalb der Kühlwassertemperatur liegt, in Kühlern und Leitungen. Hier hilft ein Kühlwasserthermostat, welcher aus einem zylindrischen Gefäß, gefüllt mit RASCHIG-Ringen, besteht und mit einer starken elektrischen Heizung versehen ist. Der Kühlwasserthermostat wird vom gesamten Kühlwasser durchflossen, wobei das Wasser auf die durch das Kontaktthermometer einstellbare, gewünschte Temperatur vorgewärmt wird. Zu beachten ist, daß nicht nur die Kondensatoren und Kühler mit temperiertem Kühlwasser beschickt werden müssen, sondern daß auch die Zuleitungen zu den Vorlagen und die Vorlagen selbst durch eine Ummantelung an das vorgewärmte Kühlwasser angeschlossen werden. Selbstverständlich müssen im Kühlwasserkreislauf alle Geräte, welche nicht temperiertes Kühlwasser benötigen, wie z. B. der cartesische Manostat und die Öldiffusionspumpe zur Mantelvakuumierung (s. u.), vor den Thermostaten geschaltet werden.

IX. Sicherung gegen Stromausfall

Da während einer Destillation auch mit einem Ausfall des Netzstromes gerechnet werden muß, ist es zweckmäßig, sich gegen die hieraus entstehenden Folgen zu schützen; denn schon nach einer Unterbrechung von einigen Minuten und plötzlichem Wiedereinsetzen des Stromes können sehr unangenehme Störungen auftreten, wie z. B. starke Siedeverzüge im Destillationskolben durch Verbrauch der Siedesteine, Zusammenbruch des voreingestellten Vakuums bei Vakuumdestillationen und Störung des Destillationsgleichgewichts. Am besten läßt man nach einem Stromausfall beim Wiedereinsetzen der Netzspannung die ganze Apparatur abgeschaltet, bis das Bedienungspersonal zur Stelle ist. Eine solche automatische Abschaltung erfolgt durch ein Halterelais, durch welches die gesamte Stromversorgung der Appa-

ratur geht und das nach Wiedereinsetzen der Spannung von Hand betätigt werden muß, ehe der Stromweg freigegeben wird.

X. Die Anwendung der beschriebenen Regler und Sicherungen in einer Laboratoriumsapparatur

Fast alle soeben beschriebenen Möglichkeiten zur Automatisierung und Sicherung wurden vom Verfasser beim Bau einer Laboratoriumsdestillationsapparatur, die im folgenden beschrieben werden soll, verwandt (Abb. 8).

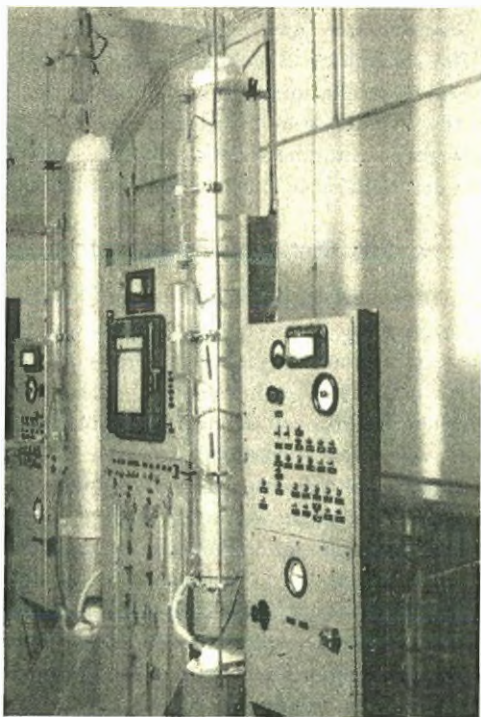


Abb. 8. Gesamtansicht der Kolonnenapparatur

Wie Abb. 8 zeigt, besteht die Apparatur aus zwei Rektifikationskolonnen, welche nur die Temperaturregistrierung, das Hochvakuumsystem und die Stromausfallsicherung gemeinsam haben. Die rechte Kolonne besitzt ein mit Hochvakuummantel versehenes 40-mm-Glasrohr von 2 m Länge, welches unten mit einem Kolben von 2–5 Litern Inhalt durch Schläufe verbunden ist. Der Kolben befindet sich in einem wärmeisolierten Gefäß, auf dessen Boden sich offene elektrisch geheizte Glühspiralen befinden. Der Kolonnenkopf ist nach dem Dampfteilungsprinzip konstruiert und der Dampf wird durch ein magnetisches Umsteuerventil im Verhältnis von Rücklauf zu Destillat aufgeteilt.

Der Destillationskolben enthält ein elektrisches Widerstandsthermometer zur Temperaturregistrierung, eine Siedekapillare bzw. eine Vorrichtung zur Probeentnahme und einen Anschluß zur Druckmessung. Das Kolonnenrohr ist mit Drahtspiralen aus rostfreiem Stahl 4×4 mm gefüllt. Diese haben die Form von RASCHE-Ringen und bestehen aus sich berührenden Drahtwindungen.

Im Kolonnenkopf befindet sich ein zweites Widerstandsthermometer in einem Glasschutzrohr mit Quecksilber gefüllt. Der Kondensator besitzt einen Außenwassermantel und innen eine vom gleichen Kühlwasser durchflossene Doppelspirale. Der Elektromagnet betätigt die Ventilkugel mittels eines dünnen Stabs aus rostfreiem Stahl durch die Kühlspirale hindurch (Abb. 4). Die Ventilsitze wie auch die Ventilkugel bestehen aus rostfreiem Stahl. Die Sitze dürfen nicht am Glas festgekittet werden, da es keinen Kitt gibt, der den thermischen und chemischen Beanspruchungen auf die Dauer gewachsen ist. Der obere Ventil Sitz wird daher mit seinen Rändern gut auf den unteren Rand des Glasschliffs plan aufgeschliffen und durch Spiralfedern aus rostfreiem Stahl an Haken, innerhalb des Kühlerhalses, oberhalb des Schliffes gehalten. Der untere Ventil Sitz muß nur abdichten, wenn die Ventilkugel auf ihm ruht, und es erübrigt sich daher, ihn besonders zu befestigen. Er wird ebenfalls so gut wie möglich auf einen Glasrohrstumpf, der zum Destillatkühler führt, aufgeschliffen. Von der rostfreien Ventilkugel wird oben und unten senkrecht zum Hubweg das zur Abdichtung unnötige Stück abgeschnitten, damit trotz kleinen Hubwegs die freigegebenen Querschnitte der Sitze möglichst groß sind.

Die Dämpfeleitung zu der mit Kühlwassermantel versehenen Vorlage verläuft durch einen Kugelhühler. An die Vorlage ist eine Vakuumschleuse für Vakuumdestillationen angeschlossen. Alle Teile, vom Kopf bis zur Vakuumschleuse, sind mit Kugelschliffen versehen, da die fortlaufend miteinander verbundenen Glasteile andernfalls sehr bruchgefährdet wären. Die Kolonne selbst ist mit einem Hochvakuummantel umgeben, welcher dauernd unter dem Vakuum einer Öldiffusionspumpe steht. Da trotz der Vakuumisolierung beim Destillieren sehr hochsiedender Substanzen der Wärmeabfluß zu groß ist, ist zur Unterstützung der adiabatischen Arbeitsweise der Kolonne eine zusätzliche Mantelheizung vorgesehen, welche automatisch in Funktion tritt, wenn eine Temperaturdifferenz von mehr als 5° zwischen Kopf und Mantel besteht. Der Außenmantel besteht aus Aluminiumrohr und ist mit Glaswolle gefüllt.

Der Staudruck im Kolben wird von einem Glykolkontaktmanometer angezeigt und konstant gehalten. Auf einem Vorwählschalter wird nach einem Ampèremeter die Grundheizung eingestellt, wobei das Glykolmanometer die Zusatzheizung, die etwa 30 % der Grundheizung beträgt, ein- und ausschaltet. Eine Sicherung, die bei Versagen des Glykolmanometers den Heizstrom ausschaltet, ist vorgesehen. Die Blasen- und Kopftemperaturen werden von einer selbstabgleichenden Meßbrücke für Widerstandsthermometer registriert, welche gleichzeitig einen Maximalkontakt zur Verriegelung der Destillatabnahme enthält. Sicherungen gegen Kühlwasserausfall und Vakuumbruch sind vorhanden. Bei Überschreiten des Staudrucks, der vorhergestellten Grenztemperatur am Kopf, bei Kühlwasserausfall, Vakuumbruch, und Stromausfall ertönt eine Alarmglocke,

welche durch einen Druckknopf an einem speziellen Alarmrelais abgestellt werden kann, aber sofort nach Aufhören des Alarmimpulses automatisch wieder bei neuen Fehlern ertönen kann. Das Hochvakuumssystem zur Evakuierung der Hochvakuummäntel besteht aus einer rotierenden Ölluftpumpe für das Vorvakuum, einer Öldiffusionspumpe und einem Philips-Kalkathodenvakuummeter, welches kontinuierlich den Druck im Hochvakuumssystem anzeigt. Jede Kolonne besitzt außerdem eine rotierende Ölluftpumpe für Vakuumdestillationen und ein Aktivkohlefilter gegen Eindringen von organischen Dämpfen in die Pumpe, einen cartesianischen Manostaten und einen Kühlwasserthermostaten. Auf der Frontplatte wird der absolute Druck und der Unterdruck an zwei Quecksilbermanometern angezeigt. Das Rücklaufverhältnis wird durch einen mit Synchronmotor angetriebenen Zeitgeber geregelt. Die einstellbaren Rücklaufverhältnisse erstrecken sich kontinuierlich von 1 : 60 bis 1 : 2. Die Betätigung des Magnetventils wird durch eine Signallampe angezeigt.

Da die Destillationskolben infolge ihres großen Volumens bis zu 5 Litern ein sehr beträchtliches Gewicht haben, ist eine besondere Andruckvorrichtung vorgesehen. Diese besteht aus einem Heiztopf, an dessen oberem Rand vier starke Spiralfedern befestigt sind. Die Federn werden am unteren Ende von einem mit Asbest umwickelten Eisenring so zusammengehalten, daß ein normaler Rundkolben auf dem Umfang des Ringes gut aufliegt. Die Federspannung wird so gewählt, daß sie das Gewicht kompensieren kann und darüber hinaus noch einen gewissen Anpreßdruck an den unteren Kolonnenschliff zu liefern vermag. Das Gewicht des Heiztopfes und des Kolbens ist natürlich ziemlich groß und muß durch eine besondere Anhebevorrichtung gegen den Kolonnenschliff gedrückt werden. Diese Vorrichtung besteht aus einem Stativ, welches in jeder Höhe fixiert und mittels eines Hebelmechanismus gehoben und gesenkt werden kann. Der Kolben mit dem Heiztopf kann so ohne Schwierigkeiten von einer Person fest an die Kolonne angesetzt werden. Bis heute sind keinerlei Schliffbrüche durch Verkanten vorgekommen.

In der Normalausführung besteht die rechte Kolonne aus einem 2 m langen Rohr von 40 mm \varnothing mit 4 mm Drahtspiralen, die linke dagegen aus einem gleichlangen Rohr mit 26 mm \varnothing und 2 mm Drahtspiralen. Die Kolonnenmäntel sind durch zwei kräftige Schellen im Gestell befestigt, wobei die untere Schelle um ihre Achse drehbar ist. Die Schellen können leicht gelöst und die

Mäntel nach vorn herausgezogen werden. So kann eine Kolonne bei Defekten schnell ausgewechselt oder – wenn der Wunsch besteht – ein anderer Kolonnentyp eingesetzt werden. Ein solcher Typ besteht beispielsweise aus einer Kolonne von 2 m Länge und 40 mm \varnothing , gefüllt mit 6-mm-Drahtspiralen für Destillationen bei sehr niedrigem Druck. Natürlich muß man sich bei diesem Typ mit einer geringeren Trennschärfe abfinden. Die linke Kolonne mit 26 mm \varnothing eignet sich überhaupt nicht für Destillationen bei niedrigen Drucken.

Die Trennschärfe der linken Kolonne mit 2-mm-Drahtspiralen entspricht ungefähr 60 theoretischen Böden, die der rechten Kolonne mit 4-mm-Spiralen etwa 28 theoretischen Böden, geprüft mit einem Testgemisch aus n-Heptan und Methylcyclohexan unter einem Druck von 710 Torr. Die Kolonne mit 6-mm-Drahtspiralen wurde nicht geprüft, ihre Bodenzahl wird ungefähr 18 betragen. Der Betriebsinhalt ist bei den beiden ersten Kolonnen ungefähr gleich und beträgt ca. 330 cm³ bei optimaler Belastung. Dieser Wert wurde nach der üblichen Methode durch Einsatz einer bekannten Lösung von Stearinsäure in n-Heptan in den Kolben und Einstellen des Destillationsgleichgewichtes bei optimaler Belastung erhalten. Die Konzentration in der Blase nimmt in dem Maße zu, in dem n-Heptan in die Füllkörper hineindestilliert und kann durch Titration mit eingestellter Natronlauge bestimmt werden. Die Probe hierzu wird während der Destillation unter totalem Rücklauf gezogen. Die Differenz der Konzentration vor und während des Versuches ergibt unter Berücksichtigung des Einsatzvolumens ein Maß für den Betriebsinhalt.

Die ganze Apparatur ist in einem sehr festen Gestell von Doppel-T-Trägern eingebaut, so daß die notwendige Stabilität auf jeden Fall erreicht ist. Die im ersten Teil erwähnten Destillatvolumenmesser wurden nicht eingebaut, da bisher noch kein geeignetes Registrierinstrument zur Verfügung stand.

Mit der oben beschriebenen Apparatur ist es möglich, Destillationen im Laboratorium mit einem Minimum an Aufsicht durchzuführen. Man kann beispielsweise auch nachts destillieren, wodurch nicht nur eine erhebliche Zeitersparnis durch Verlängerung der Arbeitszeit, sondern auch durch Vermeidung der unter Umständen sehr zeitraubenden Gleichgewichtseinstellung bei der täglichen Wiederinbetriebsetzung erzielt wird. Die Apparatur hat bis heute alle an sie gestellten Forderungen erfüllt.