

Eine verbesserte Vorrichtung zur Regelung des Rücklaufverhältnisses bei Rektifikationskolonnen

Von R. H. JAKOB, Lonza AG., Visp

Die in der Entwicklung organischer Prozesse auftretenden Destillationsprobleme stellen beständig steigende apparative Anforderungen an die Laboratoriumsrektifikationskolonnen. Wenn es auch in mancher Hinsicht möglich war, solche Kolonnen den Anforderungen entsprechend zu verbessern, so blieb die Feinregelung des Kolonnengleichgewichtes – genauer eigentlich des Rücklaufverhältnisses – lange Zeit problematisch¹. Neben vielen, nicht sehr eleganten Vorschlägen zur Überwindung dieses Problems stellt bis heute die von KIESELBACH² beschriebene Vorrichtung die befriedigendste Lösung dar; nachteilig ist hier aber, daß der Kolonnenkopf recht schwierig zu konstruieren und etwas bruchempfindlich ist.

Der im folgenden beschriebene Kolonnenkopf ist vom KIESELBACHSchen System übernommen worden; er ist prinzipiell nicht neu, stellt aber eine robustere Lösung dar, ohne daß dabei die Sensibilität und die Vielseitigkeit des Systems

vermindert werden. Er ist in einem Rückflußkühler eingebaut, der auf die in der Vakuumdestillation gebräuchlichen Übergangsschliffverbindungen paßt. Bei der hier angeführten Lösung liegt die Hauptbelastung in der Kolonnenachse, womit Zugbeanspruchung und eventuelle Bruchmöglichkeit verringert werden.

Wie aus der Abb. 1 leicht ersichtlich ist, besteht die Vorrichtung aus einem hochwirksamen Rückflußkühler, aus welchem ein Teil des Rückflusses durch ein Kugelventil abgezweigt und seitlich entfernt wird. Beim totalen Rückfluß wird die von den Kühlflächen zurückfließende Flüssigkeit durch den Trog *A* aufgefangen, durchläuft den sich im Mittelpunkt befindlichen Becher *B* und wird durch den Siphon *C* auf die Kolonne zurückgegeben. Am Boden des Bechers *B* ist ein Auslauf *D* angebracht, welcher mit einer gut eingeschliffenen Glas-kugel verschlossen ist. Wenn die Kugel gehoben wird, so läuft der Kühlerückfluß durch den Auslauf *D* seitlich ab und kann als Destillat aufgefangen werden. Der Becher muß so konstruiert sein, daß bei offenem Ventil der gesamte Rückfluß

¹ H. ABEGG, *Chimia* 6, 258 (1952).

² R. KIESELBACH, *Anal. Chem.* 19, 815 (1947)

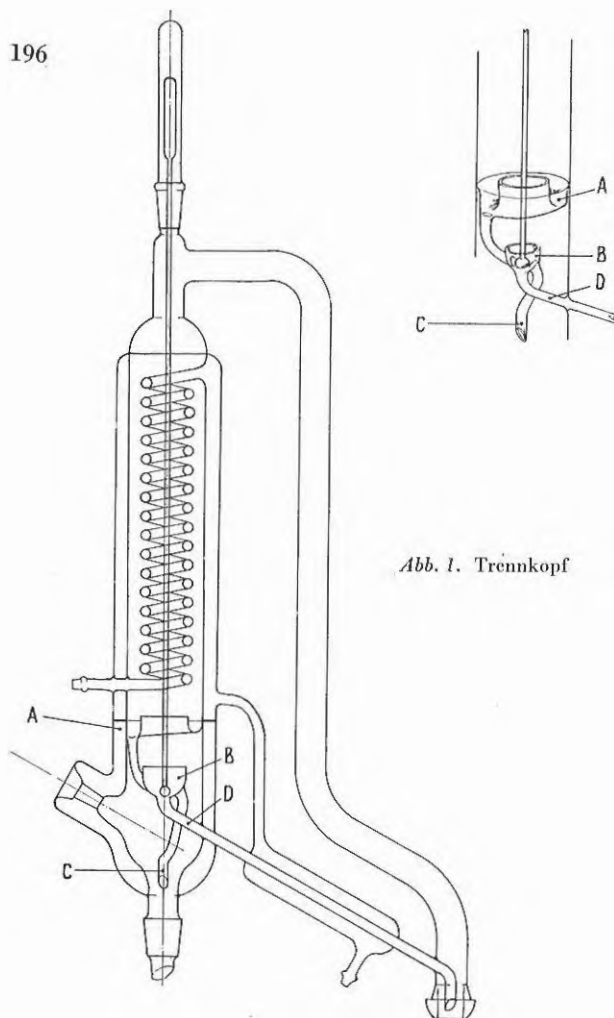


Abb. 1. Trennkopf

durch den seitlichen Becherablauf entfernt werden kann und daß bei geschlossenem Ventil die Flüssigkeit, unter möglichst geringer Aufstauung im Becher, vollständig auf die Kolonne zurückfließt. Abb. 2 zeigt eine dazu geeignete Anordnung.

Die Ventilkugel ist am Ende eines sich im Innern des Rückflußkühlers befindlichen Glasstabes befestigt, an dessen anderem Ende in einer Kapsel ein kurzes Stück Eisendraht eingeschlossen ist. Der Stab wird durch die Anziehung eines durch einen Impulsgeber angeregten Elektromagneten gehoben, wo-

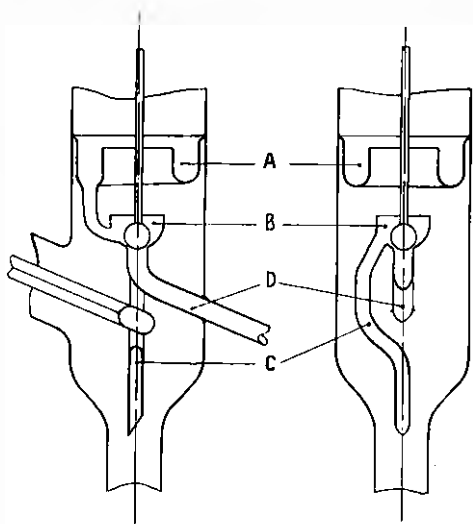


Abb. 2. Trennvorrichtung (Detail)

mit sich eine direkte Regelung der gewünschten Öffnungsfrequenz erzielen läßt³. Das Ventil ist durch das Destillat selbst abgedichtet; dadurch werden die gewöhnlich auftretenden Verunreinigungen mit heißem Schmiermittel vermieden. Dieser Kolonnenkopf⁴, aufgesetzt auf verschiedene Kolonnen, hat sich während mehrerer Jahre in der Praxis bewährt und funktioniert störungsfrei. Seine Vielseitigkeit gestattet sowohl eine Verwendung für fraktionierte Destillation im Vakuum wie auch bei Normaldruck; er kann auch ohne weiteres in halbautomatisch gesteuerten Systemen verwendet werden.

³ Die 220-Volt-Spule eines «Heju»-Kontaktschutzrelais bildet in Kombination mit einem Sauter-Impulsregler Typ JRW 2 einen befriedigenden Regelkreis.

⁴ Hergestellt durch die Glasbläserei Dumas & Co., Zürich.

Chronique Chronik Cronaca

Dr. MAXIMILIAN PELÜCKE, Professor an der Humboldt-Universität in Berlin, der Herausgeber und Chefredaktor des «Chemischen Zentralblattes», feierte am 26. Juli seinen 65. Geburtstag.

Dechema-Tätigkeitsbericht 1953. Die interessante Druckschrift enthält eine Zusammenstellung von Prof. Dr. Ing. O. FUCHS über: «Dissertationen auf dem Gebiet des chemischen Apparatewesens und angrenzenden Fachgebieten an deutschen Hochschulen.»

Verbandsmitteilungen

Schweizerisches Chemiker-Register

Die zuständige Ständekommission der Schweizerischen Chemiker-Kammer hat die Eintragung folgender Bewerber in das Schweizerische Chemiker-Register beschlossen:

Verzeichnis der Technikums-Chemiker und ihnen gleichgestellter Chemiker

Frank Barfuß, dipl. Chem., Weiherhofstraße 25, Basel
Hugo Ott, dipl. Chem., 15, avenue Henri-Bordier, Genève
August Schweizer, dipl. Chem., Hohwattweg 7, Muttenz
Hans Stettler, dipl. Chem., São Paulo

Diese Eintragungen erwachsen in Rechtskraft, sofern nicht binnen dreißig Tagen seit der vorliegenden Publikation eine begründete schriftliche Eingabe bei der Geschäftsstelle erfolgt.

Symposium über Ionenaustauscher

Ein Symposium über «Ionenaustauscher in Wissenschaft und Technik» findet am Samstag, den 30. Oktober 1954, in Lausanne statt. Vorträge sind vorgesehen von Prof. Dr. H. DEUEL (ETH), Dr. W. BUSER (Bern), Dr. G. BRUNISHOLZ (Lausanne) und Dr. H. HOEK (Basel).

Neue Mitglieder

Müller Marcel, dipl. Ing.-Chem., Haringstraße 15, Zürich 1
Peterli Jean-Jacques, dipl. Ing.-Chem., Glattbachstraße 74, Zürich 7/44
Provimi Aurèle, dipl. Ing.-Chem., Bucheggstraße 155, Zürich 6/57
Schmidli Benjamin, dipl. Chem., Freiburgstraße 68, Bern

Begründete Einsprachen sind laut Artikel 9 der Statuten innert zwei Wochen an den Präsidenten des Schweizerischen Chemiker-Verbandes zu richten.