

## LABORATÓRNE DESTILAČNÉ KOLÓNY (I) ZHODNOTENIE NIEKTORÝCH DRUHOV NÁSYPNÝCH NÁPLŇÍ

J. PAULECH, J. DYKYJ

Výskumný ústav acetylénovej chémie v Novákoch

Laboratórnej destilačnej technike sa v poslednom čase venuje zvýšená pozornosť, o čom svedčí nielen veľké množstvo prác, ale aj monografií venovaných tejto otázke [1, 2, 3, 4, 5, 6]. Pre preparatívne práce majú dôležitosť najmä kolóny s neusporiadanou náplňou, pretože sa dajú ľahko zhotoviť v každom laboratóriu. Obzvlášť zaujímavé sú náplne vyrobené zo skla alebo z keramického materiálu, keďže možno na nich destilovať korozívne látky alebo látky, ktoré sa v styku s kovom rozkladajú. Preto pri štúdiu náplní do destilačných kolón najviac pozornosti sme venovali náplňiam vyrobeným zo skla alebo skleneného tkaniva.

### *Použité kolóny a sledované náplne*

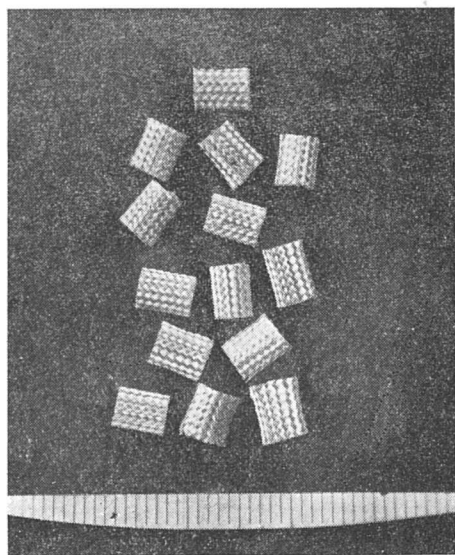
Kolóny boli zhotovené zo sklenených trubíc rôzneho priemeru, vyplnených príslušnou náplňou. Na kolónu bol natavený postriebrený evakuovaný sklený plášť. Takto upravené kolóny sme vkladali do ohrevného pláštá z dvoch sústredných kovových rúrok [7]. Vnútorňa rúrka bola vyhrievaná navinutým odporovým drôtom, priestor medzi obidvoma rúrkami bol vyplnený sklenenou vatou. Toto usporiadanie zaručovalo dostatočnú tepelnú izoláciu kolón [8]. Kovový obal kolóny sa vyhrieval tak, aby teplota pláštá bola o 2—3 °C nižšia než teplota v hlave kolóny.

Porovnávali sme navzájom kolóny plnené keramickými korálkami (Raschigove krúžky), nepolievanými keramickými Berlovými sedielkami, Fenského závitmi zhotovenými zo sklenej nite, krúžkami z bužírok zo skleneného vlákna, a to s hladkým a so zdrsneným povrchom (Raschigove krúžky zhotovené zo sklenej bužírky).

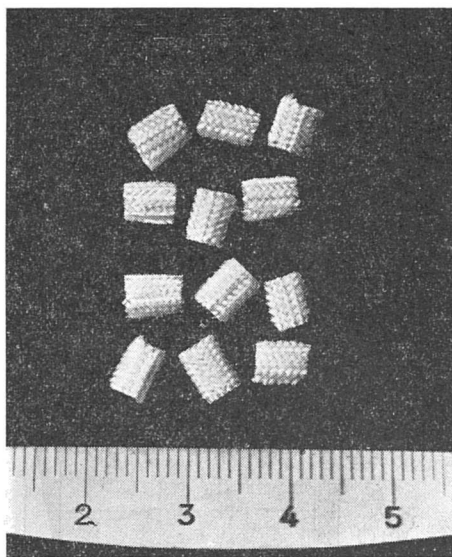
Sklené Fenského závitky možno zhotoviť napr. tak, že sklenú tyčinku vytiahneme nad plameňom v tenké vlákno, ktoré za horúca natáčame na kovový drôt. Sklenú špirálu rozrežeme potom tak, aby jeden kus obsahoval jeden závit. Výroba tejto náplne je obťažná a jej účinnosť je podstatne horšia než náplne analogicky zhotovenej z kovového drôtu. Vyrobiti sme preto náplň tým spôsobom, že sme na drôtik o priemere 2 mm navinuli sklenú niť o priemere 0,6 mm. Aby špirálový tvar nite ostal zachovaný, vložili sme drôty s navinutými špirálami na 5 minút do pece temperovanej na 450 °C. Po ochladnutí sme špirálu rozrezali pozdĺž drôtu, čím sme získali špirálky o jednom závite. Jednotlivé závitky udržiavali svoj tvar, boli pružné, mali však malú mechanickú pevnosť, v dôsledku čoho v kolóne vplyvom váhy náplne a prúdiacej kvapaliny sa v krátkej dobe navzájom zauzľovali, takže prienik kolónou trvale klesal a kolóna sa napokon prakticky upchala.

Náplň zo sklenej bužírky je analógom náplne, ktorú navrhol O. Černý [9]. Uvedený autor vyrábal náplň z obdĺžnikových kusov sklenej tkaniny, ktoré stočil do tvaru Raschigovho krúžku. Výroba tejto náplne je obťažná a náplň je málo stabilná. Len čo náš priemysel začal vyrábať zo sklenených nití pančušky o malom priemere, bolo možné zhotoviť veľmi účinnú stabilnú celosklenú náplň. Náplň zo sklenej bužírky sa nedá zhotoviť nastrihaním predajnej bužírky na malé kusky, keďže neupravená bužírka jednak nemá okrúhly tvar, jednak konce sa po rozstrihaní rozpletajú. Rozpleteniu rozstrihanej bužírky možno zabrániť tak, že ju vopred vyhrejeme na vhodnú teplotu. Teplota, na

ktorú treba bužírku vyhrievať, závisí od druhu skloviny a musí sa experimentálne určiť. Ak sa bužírka temperuje pri príliš nízkej teplote alebo príliš krátku dobu, nastrihané krúžky nie sú stabilné, majú snahu rozplietat sa. Pri temperovaní na príliš vysokú teplotu sa vlákna rozosklievajú, prípadne sa zlievajú, náplň krehne a drví sa. V našom prípade sme bužírku temperovali 5 minút pri 450 °C.



A



B

Obr. 1. Bužírková náplň. A — obyčajná, B — zdrsnená.

Optimálnu teplotu a dobu temperácie určíme tak, že z bužírky vytiahneme kúsok nite a navinieme ju na kovový drôt o priemere asi 2 mm. Drôt s natočenou niťou vložíme na krátku dobu do predhriatej pece. Keď je niť temperovaním dostatočne upravená, uchováva si po stiahnutí z drôtu špirálový tvar, je pružná a nie je krehká.

Postup pri výrobe náplne: Predajnú bužírku najprv extrahujeme vhodným rozpúšťadlom, aby sme vlákna zbavili lubrikačnej látky (inak pri temperovaní látka karbonizuje). Po extrakcii bužírku navlečieme na kovový drôt a vložíme do temperovacej pece. Temperovanú bužírku stiahneme z drôtu a impregnujeme napr. 10 % roztokom polyvinylacetátu v acetóne. Takto upravenú bužírku nastriháme na kúsky žiadanej dĺžky. Kolónu plníme impregnovanou náplňou a potom impregnačnú vrstvu odstránime extrakciou.

Účinnnejšiu náplň získame, ak povrch bužírky zdrsníme tak, aby z jej vonkajšieho povrchu vyčnievali krátke sklené chlípky. Bužírku navlečenú na drôt zdršňujeme ešte pred extrakciou lubrikačnej látky. Pri zdršňovaní extrahovanej bužírky ľahko môžeme pretrhnúť celú niť alebo poškodiť väzbu. Okrem toho vzniká nepríjemný sklený prach.

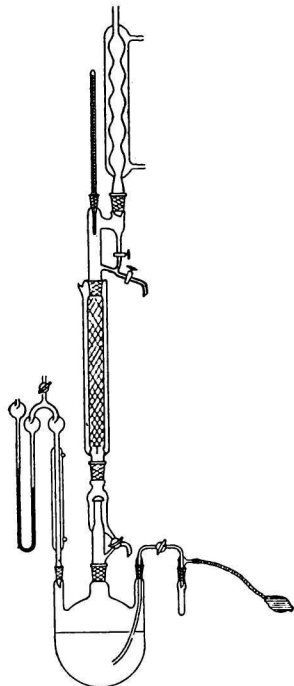
#### *Testovanie kolón*

Pri hodnotení jednotlivých kolón sme stanovili:

a) počet teoretických poschodí pri totálnom spätnom toku,

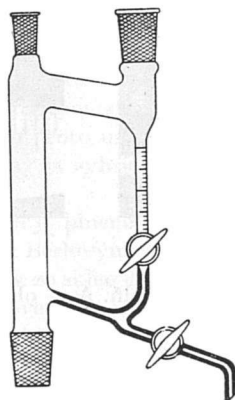
- b) prienik,
- c) pracovný obsah (dynamickú zádrž kolóny),
- d) tlakový spád na kolóne.

Na stanovenie počtu teoretických poschodí (TP) sme použili zmes benzén + chlorid uhličitý. Použitý chlorid uhličitý p. a. sme rektifikovali na kolóne 40 TP,  $n_D^{25} = 1,4573$ ; benzén bez tiofenu sme kryštalovali a rektifikovali,  $n_D^{25} = 1,4979$ . Vzorky zmesi z varnej banky a z hlavy kolóny sme odoberali súčasne pomocou zariadenia znázorneného na obr. 2. Zloženie zmesi sme určili refraktometricky. Počet teoretických poschodí sme stanovili pomocou tabuľky uvedenej v monografii [1].



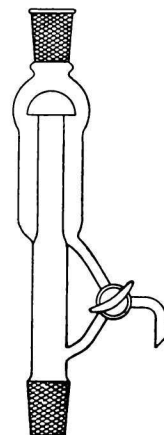
Obr. 2.

Obr. 2. Testovacia aparátúra (bez ohrevného plášťa).



Obr. 3.

Obr. 3. Prístroj na meranie prieniku.



Obr. 4.

Obr. 4. Prístroj na meranie prechodnej zádrže.

Na meranie prieniku sme použili vhodne upravený refluxný nástavec (obr. 3). Kondenzát z chladiča steká do kalibrovannej rúrky opatrenej kohútom, ktorý sa zatvára len pri meraní prieniku. Meria sa čas potrebný na to, aby do rúrky natieklo určité množstvo kvapaliny. Meranie je jednoduché a presnejšie ako meranie prieniku z ohriatia chladiacej vody [10] alebo pomocou počítania kvapiek [11].

Pracovný obsah: Kolónu sme vopred vysušili a do banky sme odmerali určité množstvo kvapaliny. Banku sme zahrievali pri totálnom refluxe, až sa kolóna zahltila, odstavili sme kúrenie a nechali sme kolónu 15 minút odkvapkať. Banku sme ochladili a jej

obsah zmerali. Rozdiel objemov testovacej zmesi pred destiláciou a po destilácii udáva objem kvapaliny, ktorý sa zadržiava v kolóne (statická zádrž kolóny).

Potom sme medzi banku a kolónu vložili dielec znázornený na obr. 4. Ak kohút v dieleci je otočený tak, aby stekajúca kvapalina otekala do banky, kolóna pracuje normálne a v určitej dobe sa dosiahne rovnováha. V tom okamihu náhle odstavíme kúrenie, ochladíme banku mokrú handrou a kohút otočíme tak, aby reflux nemohol stekať do banky. Po štvrt hodine kvapalinu, ktorá stiekla, vypustíme do odmerného valca a po vytemperovaní zmeriame jej objem. Nameraný objem + statická zádrž udáva dynamickú zádrž (pracovný obsah) kolóny za daných podmienok. Statická zádrž je konštantná, dynamická zádrž závisí od prieniku.

Tlakový spád na kolóne sme merali U-tribuciou naplnenou dietylén glykolom (pozri obr. 2). Výhodnejšie je však plniť manometer priamo testovacou zmesou. Manometer udáva pretlak v banke oproti atmosfére. Pretože tlak na hlave kolóny sa prakticky rovná atmosferickému tlaku, pretlak v banke súčasne udáva tlakový spád kolóny.

#### Porovnanie rozličných druhov náplní

Rozličné druhy náplní sme porovnávali v jednej a tej istej kolóne o vnútornom priemere 30 mm. Náplň sme sypali do výšky 195 mm. Výsledky pokusov sú uvedené v tab. 1 a na diagrame 1, 2 a 3.

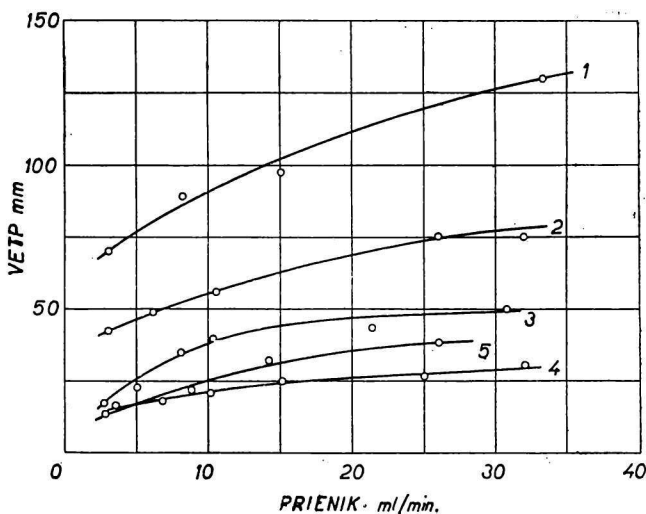


Diagram 1. Účinnosť rozličných náplní pri rôznom prieniku. Vo všetkých pokusoch priemer kolóny bol 30 mm, výška náplne 195 mm.

1. keramické korálky  $5,5 \times 5,5$  mm; 2. Berlove sedielka  $4 \times 4$  mm; 3. sklená bužírka nezdrsnená, priemer 4 mm, dĺžka 5 mm; 4. zdrsnená bužírka, priemer 4 mm, dĺžka 5 mm; 5. Fenského závitý zo sklenej nite, vnútorný priemer závitú 2 mm, priemer nite 0,6 mm.

Z tab. 1 a diagramu 1 vyplýva, že náplň zo zdrsnenej sklenej bužírky je v skúmanej oblasti prieniku približne 4,4 krát účinnejšia než náplň Raschigových krúžkov, 2,7 krát účinnejšia než náplň z Berlových sedielok, 1,5–1,8 krát účinnejšia než náplň z nezdrsnenej bužírky a 1–1,4 krát účinnejšia než náplň z Fenského závitov. Zdrsnenie

Tabuľka 1

Pracovné charakteristiky rozličných náplní. Priemer kolóny 30 mm, výška náplne 195 mm

Náplň	$n_D^{25}$ $x_D$ $x_W$	VETP (mm)	Priemik ml/min.	Pracovný obsah (ml)	Pretlak mm H <sub>2</sub> O
keramické korálky 5,5 × 5,5 mm, vnútorný priemer 3 mm	1,4880 1,4926	70	3,1	10,4	2,1
	1,4860 1,4905	89	8,2	10,4	3,2
	1,4870 1,4911	98	15,0	10,6	4,6
	1,4879 1,4912	130	33,3	15	14
Berlove sedielka 4 × 4 mm	1,4831 1,4910	42	3,0	12,5	2,2
	1,4835 1,4907	49	6,1	13,4	3,3
	1,4853 1,4909	56	10,5	14,7	4,1
	1,4851 1,4904	75	26,0	18,2	19,5
	1,4870 1,4917	75	31,9	19,0	25,8
Náplň z hladkej sklenej bužírky, priemer 4 mm, dĺžka 5 mm	1,4737 1,4909	17	2,7	16,2	1,2
	1,4771 1,4909	23	5,0	17,5	2,2
	1,4806 1,4904	35	8,1	19,0	4,0
	1,4839 1,4920	40	10,3	20,0	5,2
	1,4821 1,4902	43	21,4	23,8	13,7
	1,4838 1,4908	50	30,7	25,0	31,2

Pokrač. tab. 1

Náplň zo zdrsnenej bužírky, priemer 4 mm, dĺžka 5 mm	1,4730	16	3,4	21,6	1,8
	1,4911				
	1,4741	18	6,8	24,0	3,6
	1,4911				
	1,4760	21	10,1	26,2	4,4
	1,4911				
	1,4795	25	15,1	29,0	6,6
	1,4921				
	1,4789	27	25,0	31,5	13,4
	1,4911				
	1,4821	30	32	33	18
	1,4923				
Fenského závity zo sklenej nite, priemer závitu 2 mm, priemer nite 0,6 mm	1,4720	13	2,8	—	1,1
	1,4929				
	1,4774	22	8,8	—	2,2
	1,4916				
	1,4812	32	14,2	—	3,4
	1,4914				
	1,4834	38	26	—	7,8
	1,4918				

povrchu vplýva veľmi priaznivo na účinnosť náplne zo sklenej bužírky. Fenského závity zo sklenej nite pre svoju malú mechanickú pevnosť nie sú vhodné pre náplne kolón.

Čím účinnejšia je náplň, tým väčší má pracovný obsah (diagram 2). Pracovný obsah rastie však pomalšie ako účinnosť kolóny, takže prepočítaný na jedno teoretické poschodie je opäť výhodnejší pri náplniach zo sklenej bužírky. Napríklad pracovný obsah na jedno teoretické poschodie pri prieniku 25 ml/min. je pri

Raschigových krúžkoch	7 ml
Berlových sedielkach	6,4 ml
nezdrsnenej bužírke	5,8 ml
zdrsnenej bužírke	4,5 ml

Závislosť tlakového spádu od prieniku je znázornená na diagrame 3 (obidve osi sú v logaritmickej mierke). Na každej krivke vidíme zlom, čo nasvedčuje, že so stúpajúcim prienikom nastala v kolóne náhla zmena hydrodynamických pomerov. V nijakom prípade neboli kolóny ešte zahŕtené. Zlom na krivkách (diagram 3) nastáva pri zdrsnenej náplni za menšieho prieniku.

Keďže náplň zhotovená zo zdrsnenej bužírky sa ukázala najlepšou, v ďalších pokusoch sme sa sústredili len na túto náplň.

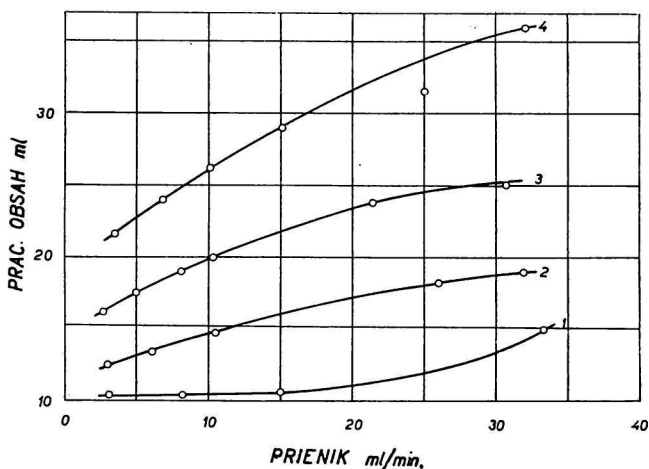


Diagram 2. Závislosť pracovného obsahu rozličných náplní od prieniku.

1. keramické korálky; 2. Berlove sedielka; 3. nezdrsnená sklená bužírka; 4. zdrsnená sklená bužírka. Bližší opis náplní pozri pod diagramom 1.

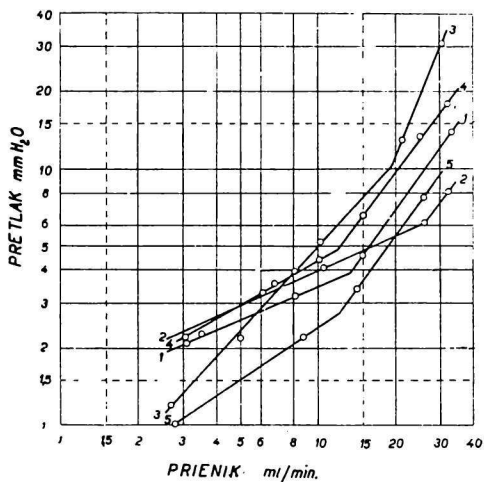


Diagram 3. Závislosť tlakového spádu na kolónach plnených rozličnými náplňami od prieniku. Priemer kolóny 30 mm, výška náplne 195 mm.

1. keramické korálky; 2. Berlove sedielka; 3. nezdrsnená bužírka; 4. zdrsnená bužírka, 5. Fenského závity. Bližší opis náplní pozri pod diagramom 1.

#### Náplň zo sklenených bužírok

Podľa výrobu pod priemerom bužírky sa rozumie vnútorný priemer. Skutočný priemer bužírky závisí od hrúbky nite, od spôsobu pletenia a môže sa značne meniť nafaňovaním bužírky. Z bužírky, ktorá podľa výrobu mala priemer 2 mm, dostali sme po úprave a nastrihaní krúžky o vonkajšom priemere 3 mm. Z trojmilimetrovej bužírky

sme vyrobili náplň o priemere 4 mm. V tab. 2 je udaný skutočný vonkajší priemer krúžkov po úprave a nastrihaní.

Tabuľka 2

Charakteristika náplní zo zdrsnenej bužírky o rôznych priemeroch. Priemer kolóny 30 mm, výška náplne 195 mm

Rozmery krúžkov mm	$n_D^{25}$ $x_D$ $x_W$	VETP mm	Priemik ml/min.	Pracovný obsah ml	Pretlak mm H <sub>2</sub> O
Priemer 3 mm, dĺžka 7 mm	1,4760 1,4937	16	6,9	26,4	2,8
	1,4744 1,4916	18	9,9	27,8	5,0
	1,4760 1,4917	19	13,4	29,0	7,0
	1,4750 1,4905	20	20,0	31,7	10,7
	1,4747 1,4881	24	28,0	38,0	16,7
Priemer 4 mm, dĺžka 5 mm	(Pozri tab. 1)				
Priemer 5 mm, dĺžka 9 mm	1,4752 1,4917	18	3,0	22,5	1,0
	1,4788 1,4913	26	8,0	25,1	2,0
	1,4819 1,4923	30	15,7	28,1	5,0
	1,4819 1,4910	37	25,0	30,5	10
	1,4841 1,4911	50	40	30,5	18
	1,4849 1,4918	48	45	33,3	24

Vplyv priemeru zdrsnenej bužírky na účinnosť sa sledoval v tej istej kolóne ako pri predchádzajúcich pokusoch. Výsledky meraní sú v tab. 2 a na diagrame 4. Ako sa dalo očakávať, účinnosť rastie s klesajúcim priemerom bužírok, naproti tomu tlakový spád a pracovný obsah stúpa.

Vplyv priemeru kolóny na účinnosť sme premerali pomocou náplne zo zdrsnenej bužírky o priemere 4 mm. Výsledky sú uvedené v tab. 3 a na diagrame 5. Účinnosť



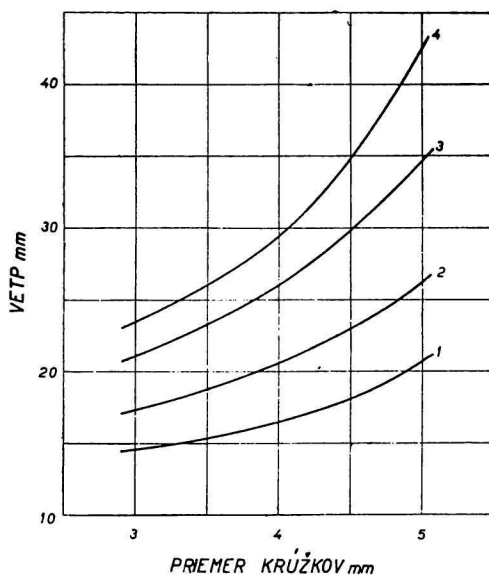


Diagram 4. Závislosť VETP od priemeru krúžkov (zdrsnené). Priemer kolóny 30 mm, výška náplne 195 mm.

1. prienik 5 ml za min.; 2. prienik 10 ml za min.; 3. prienik 20 ml za min.; 4. prienik 30 ml za min.

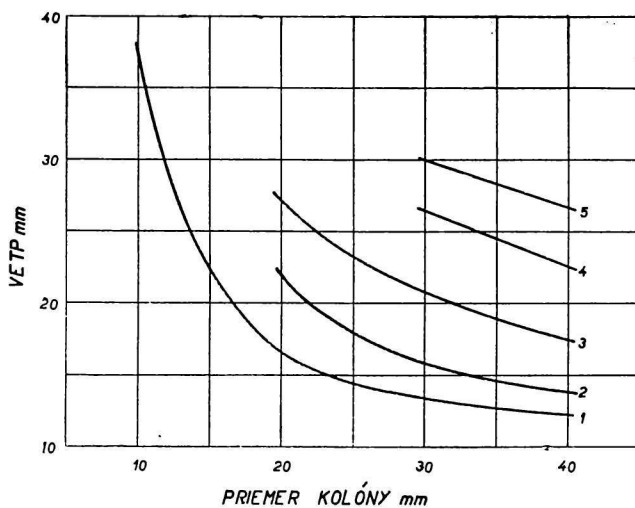


Diagram 5. Závislosť VETP od priemeru kolóny. Krúžky zo zdrsnenej bužírky, priemer 4 mm, dĺžka 5 mm, výška náplne 195 mm.

1. prienik 3 ml za min.; 2. prienik 5 ml za min.; 3. prienik 10 ml za min.; 4. prienik 20 ml za min.; 5. prienik 30 ml za min.

Tabuľka 3

Závislosť účinnosti náplne od priemeru kolóny. Výška náplne 195 mm. Rozmery krúžkov: priemer 4 mm, dĺžka 5 mm. (Zdrsnená bužírka)

Priemer kolóny mm	$n_D^{25}$	VETP mm	Priemik ml/min.	Pracovný obsah ml	Pretlak mm H <sub>2</sub> O
10	1,4767 1,4911	22	1,0	3,3	—
	1,4794 1,4917	25	1,8	3,7	—
	1,4810 1,4893	33	2,7	4,5	—
	1,4857 1,4921	51	3,4	5,2	—
20	1,4702 1,4904	14	1,6	15,5	2
	1,4721 1,4897	17	3,4	15,7	2
	1,4763 1,4906	22	4,9	15,7	2,5
	1,4799 1,4921	26	7,6	16,7	8,5
	1,4780 1,4901	27	10,0	18,0	—
	1,4820 1,4928	28	13,0	18,3	16,0
30	(Pozri tab. 1)				
40	1,4709 1,4911	14	4,5	29	1
	1,4721 1,4912	15	8,4	30,5	1,5
	1,4751 1,4918	18	11,0	—	2
	1,4771 1,4921	20	18,1	33,0	4
	1,4802 1,4912	30	40	39,5	11

kolóny pri rovnakom prieniku stúpa s jej vzrastajúcim priemerom. Pri všetkých kolónach stúpa VETP so vzrastajúcim prienikom. Najväčší vzrast VETP vidieť pri kolóne o priemere 10 mm, čo súvisí s rýchlosťou pár v kolóne.

Z analógie s prevádzkovými kolónami plnenými Raschigovými krúžkami dalo by sa očakávať, že VETP bude klesať so stúpajúcou výškou kolóny. Vyrobili sme preto kolónu, ktorá mala trojnásobnú výšku náplne, t. j. 600 mm (priemer kolóny 30 mm, priemer náplne 4 mm, dĺžka 5 mm). Hodnota VETP sa však pri rovnakom prieniku nezmenila. Náplň z bužírky má kapilárny povrch, rozdeľuje preto rovnomerne reflux po celej dĺžke náplne. Nedochádza tak k tvorbe škodlivých prúdov, ktoré by znižovali účinnosť kolóny. Preto kolónu netreba pred destiláciou zahľcovať, ako sa to robí pri kolónach plnených náplňami z kovu (Fenského závit, Dixonove krúžky) [12, 13].

Na účinnosť kolóny nemajú praktický vplyv menšie odchýlky v spôsobe plnenia. Pri plnení treba dbať, aby celý objem kolóny bol pokiaľ možno rovnomerne vyplnený krúžkami. Preto pri plnení otáčame trubicou a poklepkávame na ňu, aby sa náplň usadila. Takto vyrobené kolóny majú reprodukovateľnú účinnosť.

Ani menšie zväčšenie dĺžky krúžkov sa zjavne neprejavuje na účinnosti kolóny, ak priemer kolóny je dostatočný. Krúžky o priemere 3 mm a dĺžke 5 mm alebo 7 mm v kolóne o vnútornom priemere 30 mm majú prakticky rovnakú účinnosť. Náplň vyrobená z dlhších krúžkov je však stabilnejšia a mechanicky pevnejšia.

Treba dbať len na to, aby pri destilácii bola kolóna v zvislej polohe. Ak kolónu odkloníme od vertikály, jej účinnosť klesne (diagram 6).

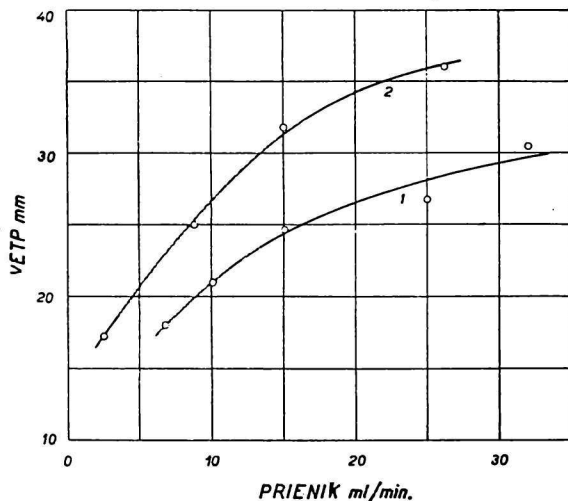


Diagram 6. Zníženie účinnosti náplne odklonom kolóny o  $7,5^\circ$  od vertikály. Kolóna o priemere 30 mm, výška náplne 195 mm. Náplň zo zdrsnenej bužírky, priemer 4 mm, dĺžka 5 mm.

1. zvislá kolóna; 2. šikmá kolóna.

### Záver

Náplň vyrobená zo sklenej bužírky, ako vidieť, má rad predností pred bežne používanými neusporiadanými náplňami. Treba však upozorniť, že náplň nie je taká stabilná ako bežné masívne náplne, napr. sklené alebo keramické.

Raschigove krúžky. Náplň zo sklenej bužírky trpí otrasmi, neznáša časté presypávanie, je ľahká, takže pri prudkejšom vývine pár vo varnej banke (prehriatie) môže sa v kolóne deformovať. Nehodí sa preto pre vákuové destilácie, kde často i pri veľkej opatrnosti môže do aparatury vniknúť naraz vzduch. Aj pri obvyčajnej destilácii odporúčame náplň zvrchu zaťažiť, napr. malou vrstvou masívnejších Raschigových krúžkov. Raschigove krúžky chránia náplň i pred poškodením dopadajúcimi kvapkami. Tieto nevýhody sú však vyvážené veľkou účinnosťou náplne a ľahkou prístupnosťou, takže môžeme náplň odporúčať pre zlepšenie techniky laboratórnych destilácií.

Pre praktické použitie v laboratóriu najvhodnejšou sa zdá bužírka o konečnom priemere 2 mm (po úprave vonkajší priemer 3 mm). Náplň vyrobená z tejto bužírky bola zo všetkých skúšaných náplní najstabilnejšia, mala dostatočný prienik a hodí sa pre bežné priemery kolón používaných v laboratóriu.

### Súhrn

Porovnávala sa účinnosť, prienik, pracovný obsah a tlakový spád laboratórnych kolón s rozličnými sklenenými alebo keramickými neusporiadanými náplňami (keramické Raschigove krúžky, Berlove sedielka, Fenského závit vyrobené zo sklenej nite a náplň vyrobená z obvyčajnej a zdrsnenej sklenej bužírky).

Najúčinnejšou sa ukázala náplň zo zdrsnenej sklenej bužírky. Výškový ekvivalent teoretického poschodia (VETP) kolíše pri kolóne (priemer 30 mm) plnenej náplňou zo sklenej zdrsnenej bužírky (priemer krúžkov 3 mm, dĺžka 7 mm) od 16 mm do 24 mm, podľa prieniku. Účinnosť náplne stúpa s klesajúcim priemerom bužírky a so stúpajúcim priemerom kolóny. Účinnosť kolón plnených náplňou z bužírky nezávisí prakticky od dĺžky kolóny, v určitých medziach ani od dĺžky nastrihaných krúžkov. Kolóna však musí byť upevnená zvisle. Náplň je ľahko prístupná a lacná, takže ju možno odporúčať pre destilácie v laboratóriu.

## ЛАБОРАТОРНЫЕ ДИСТИЛЛЯЦИОННЫЕ КОЛОННЫ (I) ОЦЕНКА НЕКОТОРЫХ ТИПОВ НАСЫПНЫХ НАСАДОК

И. ПАУЛЕХ, Я. ДИККИЙ

Исследовательский институт ацетиленовой химии в Новаках

### Выводы

Сопоставлены эффективность, рабочая скорость пара удельный, рабочий объем и сопротивление лабораторных колонн с насыпными стеклянными или керамическими насадками (керамические кольца Рашига, седлообразные тела Берла, стеклянные спирали Фенске и насадки из обыкновенной и шероховатой сеткообразной стеклянной трубки напоминающей оплетку электропровода).

Высота, эквивалентная теоретической тарелке (ВЭТТ) у колонны (диаметром 30 мм) с насадкой из шероховатой сеткообразной стеклянной трубки (диаметр колец 3 мм,

длина 7 мм) составляет от 16 до 24 мм, в зависимости от скорости рабочего пара. Эффективность насадки повышается с уменьшением диаметра насадки и с увеличением диаметра колонны. Эффективность колонн заполненных насадкой из шероховатой сеткообразной стеклянной трубки, практически не зависит от длины колонны и в определенных пределах также от длины нарезанных колец, однако колонна должна быть установлена строго вертикально. Насадка легко доступна и дешева и поэтому рекомендуется для дистилляции в лабораторных условиях.

Поступило в редакцию 22. 11. 1956 г.

## LABORATORIUMSDESTILLIERKOLONNEN (I) BEWERTUNG EINIGER ARTEN VON SCHÜTTFÜLLMATERIALIEN

J. PAULECH, J. DYKYJ

Forschungsinstitut für Azetylenchemie in Nováky

### Zusammenfassung

Die Autoren verglichen die Wirksamkeit, den Durchsatz, den Betriebsinhalt und den Staudruck bzw. das Druckgefälle von Laboratoriumsdestillierkolonnen mit verschiedenen aus Glas oder keramischen Stoffen hergestellten ungeordneten Füllungen (keramische Raschig-Füllkörper, Berl-Sattel-Körper, Fenske-Spiralen, hergestellt aus einem Glasfaden, und eine Füllung, hergestellt aus einem gewöhnlichen, aufgerauhten aus Glas bestehenden Bougieröhrchen).

Am wirksamsten erwies sich die Füllung aus einem aufgerauhten, aus Glas bestehenden Bougieröhrchen. Der Bodenwert (engl. HETP) bewegt sich bei einer Kolonne vom Durchmesser 30 mm, versehen mit einer Füllung von Füllkörpern aus einem aufgerauhten Bougieröhrchen (Durchmesser der zugeschnittenen Ringe 3 mm, Länge 7 mm) etwa um 16—24 mm, je nach dem jeweiligen Durchsatz. Die Wirksamkeit der Füllung steigt mit fallendem Durchmesser des Bougieröhrchens und mit steigendem Durchmesser der Kolonne. Die Wirksamkeit der Kolonnen, die mit einer Füllung aus Bougieröhrchen versehen sind, ist praktisch unabhängig von der Länge der Kolonne, in bestimmten Grenzen sogar auch unabhängig von der Länge der geschnittenen Ringe, die Kolonne muss jedoch senkrecht befestigt werden. Die erwähnte Füllung ist leicht zugänglich und billig, so dass man sie für Destillationen im Laboratorium empfehlen kann.

In die Redaktion eingelangt den 22. 11. 1956

### LITERATÚRA

1. Weissberger A., *Technique of Organic Chemistry IV, Distillation*, New York 1951. — 2. Carney T. P., *Laboratory Fractional Distillation*, New York 1949. — 3. Gelperin N. I., *Destilacija i rektifikacija*, Moskva 1947. — 4. Rozengart M. I., *Technika laboratorní destilace a rektifikace*, Praha 1953. — 5. Löffler J., Pošta J., Kunst A., *Destilace a rektifikace*, Praha 1956. — 6. Kirschbaum E., *Destillier- und Rektifizier-technik*, Berlin 1951. — 7. Willingham C. B., Rossini F. D., J. Res. Nat. Bur. Standards 37, 15 (1946). — 8. Junge C., Chem. Techn. 6, 37 (1954). — 9. Černý O., *Organická chemie a technologie*, Praha 1951, 1, 4. — 10. Fenske R. M., Quigle D., Tongberg C. O., Ind. Eng. Chem. 24, 408 (1932). — 11. Krell E., Chem. Techn. 5, 581 (1953). — 12. Dixon O. G., J. Soc. chem. Ind. 68, 88 (1949). — 13. Dixon O. G., J. Soc. chem. Ind. 68, 119 (1949).

Došlo do redakcie 22. 11. 1956