

1

Der Weg zur Miniplant-Technik – ein historischer Überblick

Mithilfe der Miniplant-Technik wird versucht, eine technische Anlage mit all ihren verfahrenstechnischen Schritten voll funktionsfähig im kleinstmöglichen Maßstab nachzubilden. Hierzu bieten sich die im chemischen Labor vorhandenen Apparate und die über Jahrhunderte angesammelte experimentelle Erfahrung an. Somit stellen die Miniplant-Technik und die mit ihr aufgebauten Miniplants nichts grundsätzlich Neues dar, sondern basieren auf vorhandenem Wissen. Deshalb ist es interessant, in diesem Einleitungskapitel auf die historische Entwicklung der Labortechnik einzugehen und damit die Wurzeln und den Weg zur Miniplant-Technik aufzuzeigen. Das soll am Beispiel der Destillation und Rektifikation erfolgen [1–2], da sich auf diesem verfahrenstechnischen Gebiet das größte experimentelle Wissen angesammelt hat, wie auch in weiteren Kapiteln gezeigt wird.

Erste konkrete Abbildungen zu Destillationsapparaturen finden sich bereits bei den alexandrinischen Alchemisten im 1. und 2. Jahrhundert nach Christus. So sind in Abb. 1.1 bereits Destillationskolben zu erkennen, die mit Öfen beheizt werden. Die Dämpfe steigen durch ein Rohr aufwärts und kondensieren in einem kugelförmigen Aufsatz, dem Alembik, wobei die Umgebungsluft als Kühlmittel dient. Das Kondensat sammelt sich in einer Rinne und wird durch ein oder mehrere Röhrchen in Fläschchen abgefüllt [3]. Mit diesen Apparaturen wurden wahrscheinlich höher siedende ätherische Öle für die Parfümherstellung destilliert.

In den nächsten Jahrhunderten änderte sich grundsätzlich nur wenig am Aufbau der Destillationsapparatur. Erst um etwa 1200 wurde die Effektivität der Kondensation durch die Einführung von Wasser als Kühlmittel entscheidend gesteigert. Dadurch gelangen auch die Destillation und Kondensation von Ethylalkohol, der bis zum Ende des 19. Jahrhunderts das wichtigste Destillationsprodukt darstellt. Abb. 1.2 zeigt eine Destillationsapparatur vom Ende des 16. Jahrhunderts von Conrad Gesner [4]. Deutlich sind der Herd mit eingebauter Heizblase und die fallende Kühlschlange im mit Wasser befüllten Kühlfass zu erkennen. Außerdem erreicht die Apparatur bereits technische Dimensionen.

Bis zu diesem Zeitpunkt hat die Destillationsapparatur nur Labordimensionen. Größere Anlagen mit Technikums oder technischen Dimensionen tauchen erst im 15. Jahrhundert auf. Eine eigenständige Entwicklung von Laborapparaturen wird jedoch erst möglich, nachdem Johann Kunckel (1630–1702), Leiter

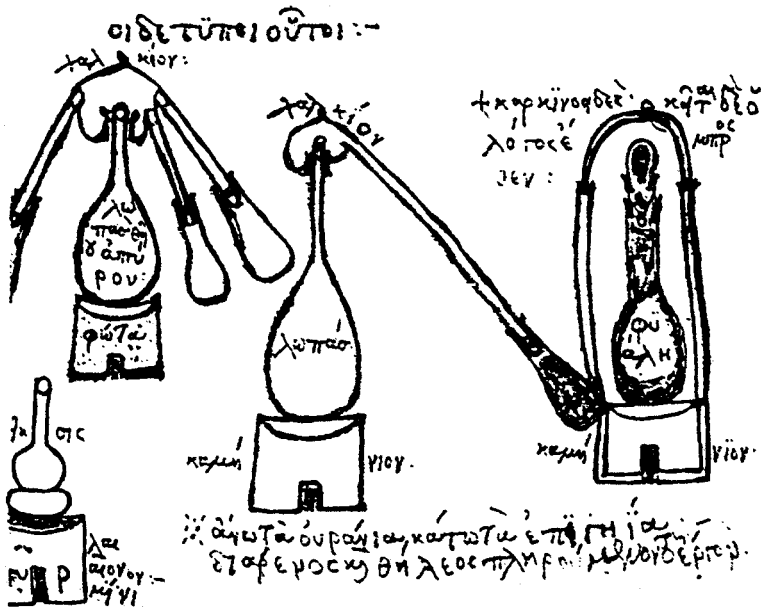


Abb. 1.1 Destillationsgeräte der alexandrinischen Alchemisten aus dem 1. und 2. Jahrhundert nach Christus.

des kurfürstlichen Labors in Berlin, durch Einführung des sog. Blasens vor der Lampe mit der Glasmacherpfeife, Glas ausreichender Qualität herstellen konnte und damit Glas zum Hauptwerkstoff im Labor wurde. Schöne Beispiele der Glasbläserkunst des 18. Jahrhunderts zeigen Laborapparaturen aus dem Deutschen Museum in München (Abb. 1.3). Mit beiden Apparaturen sollten Gemische in mehrere Fraktionen zerlegt werden, was aber ohne Einbauten zur Erhöhung der Trennleistung nur unzureichend gelingen dürfte.

Abb. 1.4 zeigt gläserne Laborgeräte des französischen Apothekers Antoine Baumé (1728–1804) aus seinem Werk *Chimie expérimentale et raisonnée* [5]. Beachtenswert sind die Destilliergeräte mit Tubus und Stopfen, die gläserne

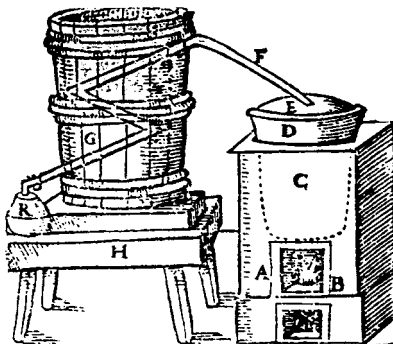


Abb. 1.2 Destillationsapparatur aus dem 16. Jahrhundert nach Conrad Gesner.

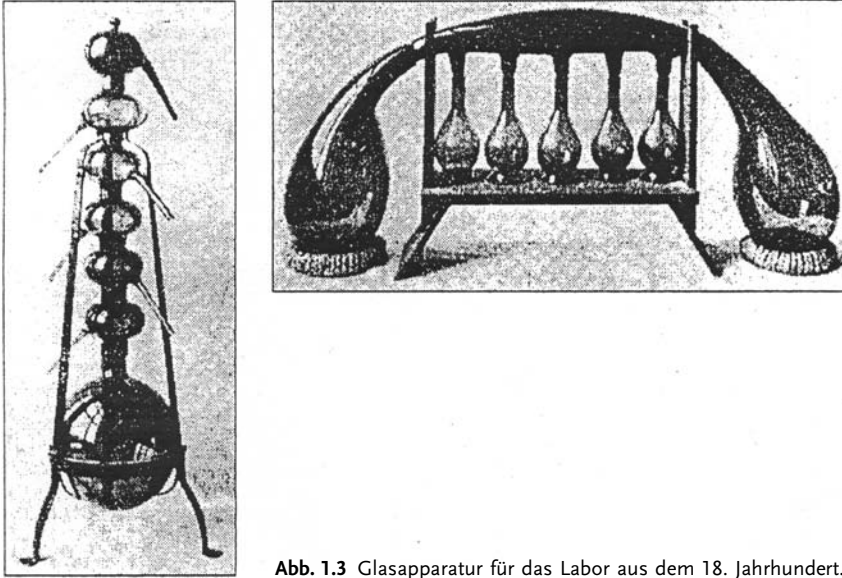
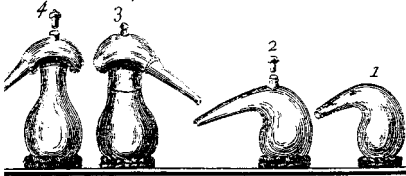


Abb. 1.3 Glasapparatur für das Labor aus dem 18. Jahrhundert.

Vaisseaux Evaporatoires à l'air libre, 1^{re} Section.



Vaisseaux Evaporatoires des, 2^{me} Section.



Recipients, 3^{me} Section.

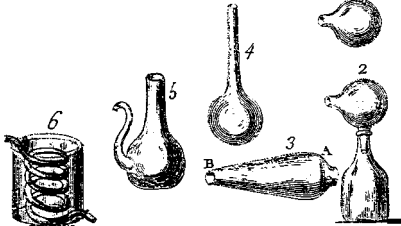


Abb. 1.4 Gläserne Laborgeräte von Antoine Baumé aus dem 18. Jahrhundert.

Kühlschlange und die sog. Florentinerflaschen zur Trennung zweier flüssiger Phasen, zuerst in Florenz zur Trennung ätherischer Öle von Wasser eingesetzt.

Zur selben Zeit wurde bereits die Gegenstromkühlung im Labor eingeführt, wie Abb. 1.5 aus der Dissertation *Observationes chemicae et mineralogicae* [6] von Christian Ehrenfried von Weigel (1748–1831) zeigt. Der Gegenstromkühler, der sog. Liebig-Kühler, bestand aus zwei ineinander gesteckten Rohren, von denen das Innere als Glasrohr und das Äußere als Weißblechrohr ausgeführt wurden. Auch die Haltevorrichtungen für den Kühler wurden von Weigel entwickelt und sind Vorläufer unserer heutigen Stativklammern.

Bis zur Mitte des 19. Jahrhunderts unterschieden sich die Destillationsapparaturen im Labor und in der Technik nur in den Dimensionen. Erst mit der stürmischen Entwicklung der organischen Chemie ab 1850 entstanden eigenständige Destilliergeräte, die völlig auf die Belange der Experimentalchemie zugeschnitten waren. Deshalb sind die Laborapparaturen des 19. und frühen 20. Jahrhunderts häufig mit den Namen bedeutender Chemiker verbunden.

Zunächst versuchte man durch sog. Destillationsaufsätze die Trennleistung der Destillationskolonnen zu verbessern. Den ersten Schritt stellen die Kugelaufsätze (Abb. 1.6) nach Charles Adolphe Wurtz (1817–1884) von 1854 dar, Professor an der Sorbonne in Paris und Entdecker der nach ihm benannten Wurtz-Synthese zur Herstellung langkettiger Alkane aus den entsprechenden Alkylhalogenen. Aus den Kugelaufsätzen entwickelte sich im 20. Jahrhundert die Vigreux-Kolonne (Abb. 1.7), hier bereits mit einem mit Luft gefülltem Mantel zur besseren Isolierung.

Die Siebbodenaufsätze in Abb. 1.8 von Linnemann von 1871 und von Glinsky von 1875 sind Vorstufen der Laborsiebbodenkolonne.

1881 wurde von Walter Hempel (1851–1916), Professor an der TH Dresden mit der Gasanalyse als Spezialgebiet, die Füllkörperkolonne mit Glaskugeln im Labor eingeführt. Abb. 1.9 zeigt den Gesamtaufbau einer Vakuumdestillieranlage von 1910 nach einer Abb. von Carl von Rechenberg aus seinem Standardwerk *Einfache und fraktionierte Destillation in Theorie und Praxis* [7] mit Hempel-

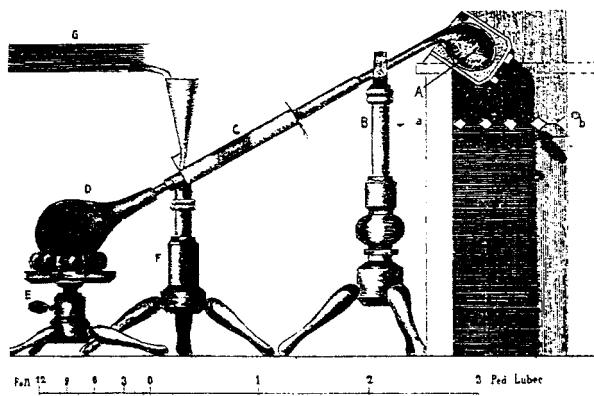


Abb. 1.5 Laborapparat mit Liebigkühler nach Weigel.

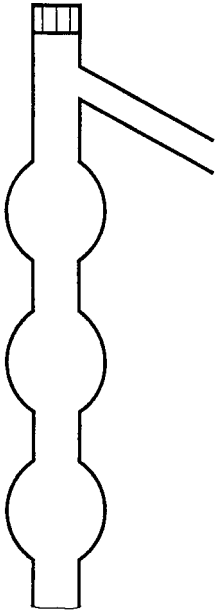


Abb. 1.6 Destillationsaufsatz nach Wurtz in Kugelform von 1854.

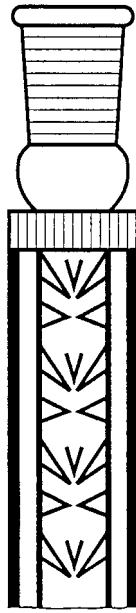


Abb. 1.7 Vigreux-Kolonne mit Luftisolationmantel von 1930.

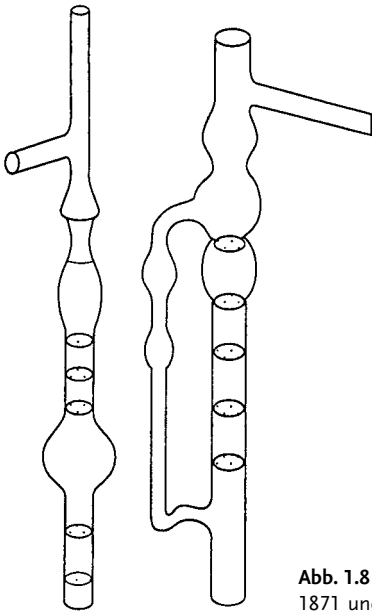


Abb. 1.8 Siebdenaufsätze nach Linnemann (links) von 1871 und nach Glinsky (rechts) von 1875.

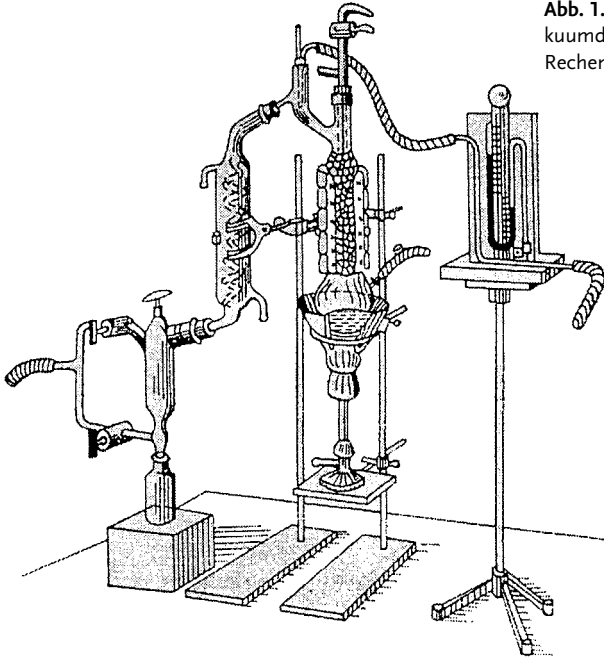


Abb. 1.9 Gesamtaufbau einer Vakuumdestillationsapparatur nach Rechenberg [7] von 1910.

Kolonnen und Vakuumschleuse. Dieses wichtige Bauteil von Vakuumanlagen wurde um 1900 von Gabriel Emile Bertrand (1867–1962) erstmals eingesetzt, Professor am Pasteur-Institut in Paris und Verfasser wichtiger Arbeiten über Koffein und koffeinfreien Kaffee. Bei der abgebildeten Laboranlage erfolgt die Beheizung der Kolonne mit einem Bunsenbrenner. Die Dämpfe werden zweistufig kondensiert. Das im unisolierten Bereich oberhalb der Kolonne anfallende Kondensat fließt als Rücklauf im Gegenstrom zu den aufsteigenden Dämpfen direkt zur Kolonne zurück. Die verbleibenden Dämpfe werden in einem fallenden Schlangenrohrkühler vollständig kondensiert und fließen dann über die Vakuumschleuse in das Abnahmegefäß. Mit dieser Apparatur kann natürlich die Rücklaufmenge nicht mengenmäßig erfasst werden.

Die meisten der bisher aufgeführten Kolonnen und Kolonnenaufsätze folgen dem Prinzip der Füllkörperkolonne; durch Einbauten wird eine möglichst große Oberfläche geschaffen, an der Dampf und Flüssigkeit aneinander vorbeiströmen. Dagegen perlt bei den Bodenkolonnen der Dampf auf den Böden durch aufgestaute Flüssigkeitsschichten, und zwischen den Böden werden beide Phasen getrennt geführt. Dabei wurde die Flüssigkeit zunächst meist außerhalb, heute innerhalb des Kolonnenmantels zum nächst tiefer liegenden Boden geführt.

Beispiele für frühe Siebbodenkolonnen sind die Kolonnen von Oldershaw von 1941 mit innen liegender Flüssigkeitsführung (Abb. 1.10) und von Karl Sigwart (1906–1990) von 1950 mit außen liegender Flüssigkeitsführung (Abb. 1.11). Bei der Kolonne von Oldershaw wird durch die senkrecht angeordneten Sieblöcher

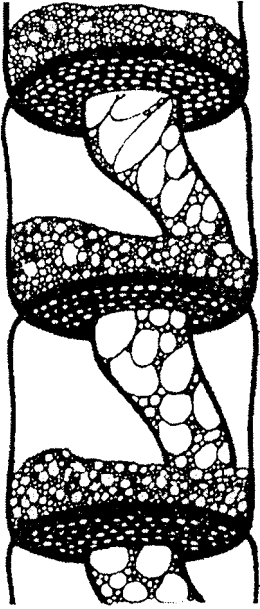


Abb. 1.10 Laborkolonnen mit Siebböden nach Oldershaw von 1941.

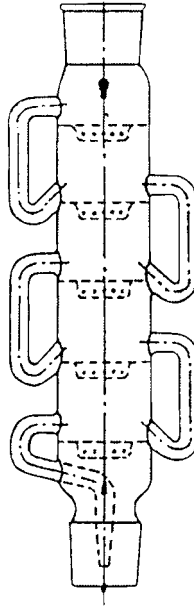


Abb. 1.11 Laborkolonnen mit Siebböden nach Sigwart von 1950.

verhältnismäßig viel Flüssigkeit auf den darüber liegenden Boden mitgerissen, was seine Wirksamkeit vermindert. Bei Sigwart sind deshalb die Löcher seitlich in vertieften Böden angeordnet, und die Dämpfe werden umgelenkt.

Eine der ersten Glockenbodenkolonnen für das Labor konstruierte Bruun 1931 mit außen liegender Flüssigkeitsführung (Abb. 1.12), wobei jedoch zur besseren Isolierung ein zweiter Kolonnenmantel um die Glockenbodenkolonne und die Flüssigkeitsführung gelegt wurde. Bei dieser Konstruktion liegen Zu- und Ablaufrohr einander gegenüber, sodass nur der halbe Glockenumfang als Flüssigkeitsweg zur Verfügung steht. Damit halbiert sich die Verweilzeit der

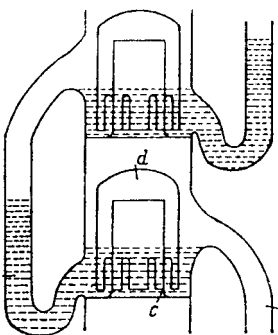


Abb. 1.12 Laborkolonnen mit Glockenböden nach Bruun von 1931.

Flüssigkeit auf dem Boden, und seine Wirksamkeit nimmt ab. Diesen Nachteil vermeidet der Glockenboden nach Schmickler-Fritz mit seiner Kreisstromführung, außerdem besitzt er eine innen liegende Flüssigkeitsführung (Abb. 1.13). Mit diesem um 1970 entwickelten Bodentyp dürfte eine auch nach heutigen Gesichtspunkten optimale Laborglockenbodenkolonne vorliegen. Sie wurde zunächst von der Firma Normag produziert, und heute wird sie von der Firma QVF hergestellt.

Mit Karl Sigwart, einem Ingenieur und Begründer der verfahrenstechnischen Abteilung der Firma Bayer, treten etwa ab 1940 Verfahrensingenieure in dem bisher von Chemikern dominierten Laborbereich in Erscheinung. Ihr Ziel ist es, die Laborapparaturen für die verfahrenstechnischen Grundoperationen zu optimieren und schließlich ein direktes Übertragen der Laborversuchsergebnis-

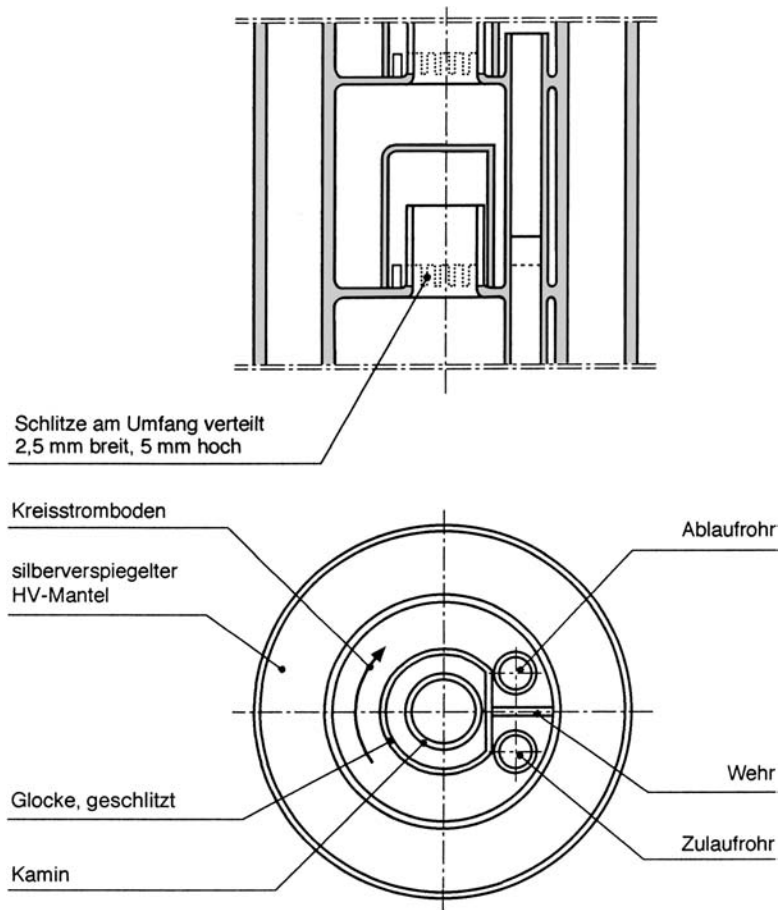


Abb. 1.13 Laborkolonne mit Glockenböden in Kreisstromführung von Schmickler-Fritz von 1970.

se auf technische Großanlagen ohne aufwendige Zwischenschritte im Technikum zu ermöglichen.

Bis 1960 wurden die Laborkolonnen weit gehend diskontinuierlich betrieben und für die Siedeanalyse eingesetzt. Die Anlage bestand aus elektrisch beheizter Blase, Kolonne und Kondensationssystem, wobei die Rücklaufmenge durch Abzählen von Tropfen ermittelt und über Ventile dosiert wurde. Ab 1965 wurden bereits viele Laborkolonnen kontinuierlich betrieben, was zur Entwicklung von Pumpen für den Zulauf, speziellen Verdampfern mit Sumpffentnahme und Kondensatoren mit geregelter Flüssigkeits- oder Dampfteilung führte. Auch wurde jetzt verstärkt die Wirksamkeit der Laborkolonnen mithilfe von Testmessungen ermittelt, um ein direktes Scale-up auf technische Anlagen zu ermöglichen, wobei im Labor und in der Technik das gleiche Testsystem verwendet wurde.

Bald wurden nicht nur einzelne Kolonnen, sondern mehrere Kolonnen zu ganzen Anlagen verschaltet, die ein Abbild der geplanten technischen Anlage ergaben. Zum Betrieb dieser komplexen Anlagen ist eine den Labormengen angepasste Mess- und Regeltechnik erforderlich. Um 1990 führte man für diese Laboranlagen den Begriff Miniplants und für die hierzu speziell benötigte Technik den Begriff Miniplant-Technik ein. Heute beschränkt sich eine in Miniplant-Technik ausgeführte Laboranlage nicht nur auf die Destillation und Rektifikation, sondern enthält auch Apparate anderer verfahrenstechnischer Grundoperationen.

Literatur zu Abschnitt 1

- 1 E. Krell, Handbuch der Laboratoriumsdestillation, Verlag Alfred Hüthig, Heidelberg–Basel–Mainz, 1976.
- 2 L. Deibele, Die Entwicklung der Destillationstechnik im 19. Jahrhundert, Dissertation an der TU München, 1992.
- 3 A. J. V. Underwood, Transactions-Institution of Chem. Engineers, 1935, 34–63.
- 4 C. Gesner, Ander Teil des Schatzs Evonymi von allerhand kunstlichen und bewerten Oelen, Wassern und heimlichen Artzneyen, Zürich (Rara der Bibliothek des Deutschen Museums, München), 1593.
- 5 A. Baumé, Chimie expérimentale et raisonnée, in deutscher Übersetzung von J. C. Gehlem, Leipzig, 1775.
- 6 C. E. v. Weigel, Observationes chemicae et mineralogicae, Dissertation an der Universität Göttingen, 1773.
- 7 C. v. Rechenberg, Einfache und fraktionierte Destillation in Theorie und Praxis, Miltitz bei Leipzig, 1923.

