



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT  
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

11 CH 670 773 A5

51 Int. Cl. 4: B 01 D 5/00  
B 01 D 3/42

**Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein**  
Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

12 PATENTSCHRIFT A5

21 Gesuchsnummer: 2397/86

22 Anmeldungsdatum: 13.06.1986

24 Patent erteilt: 14.07.1989

45 Patentschrift veröffentlicht: 14.07.1989

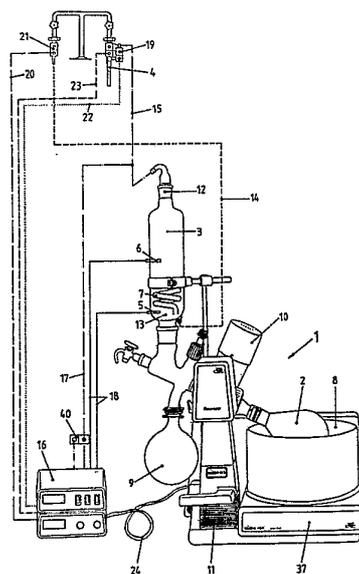
73 Inhaber:  
Büchi Laboratoriums- Technik AG, Flawil

72 Erfinder:  
Plöchinger, Heinz, Mainz (DE)  
Baer, Max, Flawil

74 Vertreter:  
Hepp & Partner AG, Wil SG

54 Verfahren und Vorrichtung zum Destillieren von Flüssigkeiten.

57 Das Einsetzen der Verdampfung am Kühler (3) wird mit einem ersten Sensor (5) ermittelt. Darauf wird die Druckabsenkung mit der Vakuumpumpe (4) so lange fortgesetzt, bis auch an einem zweiten Sensor (6) das Vorhandensein von Dampf festgestellt wird. Daraufhin wird der Systemdruck derart konstant gehalten, dass die Kondensationsfront im Kühler (3) immer in einem gewünschten Bereich bleibt. Dies erlaubt eine Optimierung des Destilliervorgangs und eine Ausnützung der maximalen Kühlerleistung unabhängig von der Kühlmitteltemperatur und unabhängig vom absoluten Druck und von der absoluten Temperatur.



## PATENTANSPRÜCHE

1. Verfahren zum Destillieren von Flüssigkeiten unter Vakuum mittels Verdampfen in einer Heizzone und Kondensieren des Dampfes in einer Kühlzone, wobei zuerst der Druck über der Flüssigkeit abgesenkt wird und die Druckabsenkung bei Einsetzen der Verdampfung der Flüssigkeit unterbrochen und der Druck etwa konstant gehalten wird, dadurch gekennzeichnet,

dass das Einsetzen der Verdampfung mit einem ersten Sensor (5) ermittelt wird, der am Anfang (13) der Kühlzone angeordnet ist,

dass der Betriebszustand zwischen dem ersten Sensor (5) und dem Ende (12) der Kühlzone mit einem zweiten Sensor (6) ermittelt wird,

und dass der mit dem zweiten Sensor (6) ermittelte Wert in einer Steuervorrichtung (16) mit einem Sollwert verglichen wird, welche bei Abweichungen vom Sollwert den Druck derart verändert, dass die Kondensation des Dampfes in einem vorbestimmbaren Bereich der Kühlzone abgeschlossen ist.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass beim Ermitteln des Verdampfungsbeginns mit dem ersten Sensor (5) die Druckabsenkung stufenweise so lange fortgesetzt wird, oder der Druck wieder angehoben wird, bis am zweiten Sensor (6) ein bestimmter Betriebszustand gemessen wird.

3. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass am ersten und zweiten Sensor die Temperaturveränderungen pro Zeiteinheit gemessen werden, und dass die Veränderung vom Druck bei einem bestimmten Temperatur/Zeit-Gradienten als Vergleichsgrösse zum gemessenen Istwert erfolgt.

4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass beim Ermitteln eines bestimmten Temperatur/Zeit-Gradienten mit sinkender Temperatur am ersten Sensor (5) die Steuervorrichtung ein Signal zum Unterbrechen des Destilliervorgangs abgibt.

5. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass die absolute Temperatur-Differenz bei sinkender Temperatur am ersten Sensor ermittelt wird, und dass die Steuervorrichtung beim Erreichen einer vorbestimmbaren Temperatur-Differenz ein Signal zum Unterbrechen des Destilliervorgangs abgibt.

6. Vorrichtung zum Destillieren von Flüssigkeiten unter Vakuum zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 1 mit einem Destilliergefäss (2), einem Kühler (3) zum Kondensieren des Dampfes und mit einer Vakuumpumpe (4) zum Absenken des Druckes über der Flüssigkeit, sowie mit einem Sensor zum Ermitteln des Einsetzens der Verdampfung, dadurch gekennzeichnet, dass ein erster Sensor (5) zum Ermitteln des Einsetzens der Verdampfung am Anfang (13) des Kühlers (3) angeordnet ist, und dass zwischen dem ersten Sensor (5) und dem Ende (12) des Kühlers (3) ein zweiter Sensor (6) angeordnet ist, mit dem der dort herrschende Betriebszustand messbar ist, wobei beide Sensoren über eine Steuereinrichtung (16) in Steuerverbindung zur Vakuumpumpe (4) und/oder einer Heizeinrichtung (37) am Destilliergefäss stehen.

7. Vorrichtung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass der erste und zweite Sensor Temperatursensoren sind, mit denen die Temperaturveränderungen pro Zeiteinheit messbar sind, und dass die Steuervorrichtung (16) einen Soll-Istwert-Vergleicher aufweist, in dem die gemessenen Werte zur Bildung eines Steuersignals mit einem vorbestimmbaren Temperatur/Zeit-Gradienten vergleichbar sind.

8. Vorrichtung nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Steuervorrichtung (16) eine Zeitverzögerungseinrichtung aufweist, mit der beim Ermitteln des Einsetzens

der Verdampfung am ersten Sensor (5) die Vakuumpumpe (4) zur stufenweisen Fortsetzung der Druckabsenkung oder ein Belüftungsventil zur stufenweisen Anhebung des Druckes intervallweise ansteuerbar ist, bis am zweiten Sensor ein bestimmter Temperatur/Zeit-Gradient ermittelt wird.

9. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 6 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass die Steuervorrichtung eine Abschaltvorrichtung aufweist, welche mit dem ersten Sensor (5) in Verbindung steht und mit der die Vakuumpumpe (4) und/oder die Heizeinrichtung (37) abschaltbar ist, wenn wenigstens bei einem bestimmten Druck im System kein Einsetzen der Verdampfung oder ein Aussetzen der Verdampfung ermittelt wird.

10. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 6 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass die Sensoren innerhalb des Kühlers (3) angeordnet sind.

11. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 6 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass die Sensoren auf der Aussenseite des Kühlers (3) angeordnet sind.

12. Vorrichtung nach Anspruch 10 oder 11, dadurch gekennzeichnet, dass die Sensoren in Durchflussrichtung des Kühlers (3) verstellbar angeordnet sind.

13. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 6 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass der zweite Sensor in Durchflussrichtung des Kühlers (3) vor dessen Ende (12) angeordnet ist.

14. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 6 bis 13, dadurch gekennzeichnet, dass sie an einem Rotationsverdampfer (1) angeordnet ist, und dass mit der Steuereinrichtung (16) neben der Vakuumpumpe (4) und/oder der Heizeinrichtung (37) auch der Antriebsmotor (10) und/oder die Schnellhebevorrichtung (11) des Rotationsverdampfers ansteuerbar ist.

15. Verfahren zum Destillieren von Flüssigkeiten unter Vakuum mittels Verdampfen in einer Heizzone und Kondensieren des Dampfes in einer Kühlzone, wobei zuerst der Druck über der Flüssigkeit abgesenkt wird und die Druckabsenkung bei Einsetzen der Verdampfung der Flüssigkeit unterbrochen und der Druck etwa konstant gehalten wird, dadurch gekennzeichnet, dass das Einsetzen und Aussetzen der Verdampfung mit einem Temperatursensor ermittelt wird, der am Anfang der Kühlzone angeordnet ist, wobei die Temperaturveränderung pro Zeiteinheit gemessen wird und der ermittelte Wert in einer Steuereinrichtung (16) mit einem Temperatur/Zeit-Gradienten als Sollwert verglichen wird, und dass bei einem bestimmten Gradienten mit steigender Temperatur die Druckabsenkung unterbrochen und bei einem bestimmten Gradienten mit sinkender Temperatur die Vakuumpumpe abgeschaltet wird.

16. Verfahren nach Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, dass bei einem bestimmten Gradienten mit sinkender Temperatur noch weitere Hilfseinrichtungen für das Durchführen der Destillation abgeschaltet werden.

## BESCHREIBUNG

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren gemäss dem Oberbegriff von Anspruch 1 sowie auf eine Vorrichtung gemäss dem Oberbegriff von Anspruch 6. Mit derartigen Verfahren bzw. Vorrichtungen kann das Durchführen eines Destillationsvorgangs bis zu einem gewissen Grad optimiert und automatisiert werden, so dass Bedienungs- und Korrekturingriffe von aussen nur noch beschränkt erforderlich sind.

Ein derartiges Verfahren mit der dazu benötigten Vorrichtung ist beispielsweise durch die DE-A-3 413 385 be-

kannt geworden. Dabei wird während der Druckabsenkung über der Flüssigkeit die Druckabnahme pro Zeiteinheit im System gemessen und laufend mit einem Sollwert verglichen. Beim Erreichen eines abstimmbaren Differentialquotienten aus Druckabnahme pro Zeiteinheit wird die Druckreduzierung abgeschaltet und nachher nur noch kurzzeitig zur Überprüfung des Istwertes eingeschaltet. Damit wird eine gewisse Automatisierung erreicht, da die Bedienungsperson nicht mehr den Beginn der Destillation beobachten muss, um dann die Vakuumpumpe manuell auf konstanten Druck umzuschalten. Ausserdem erfolgt eine Anpassung an Siedepunktveränderungen der zu destillierenden Flüssigkeit. Die Einstellung des Sollwerts für den genannten Differentialquotienten wird einmal in Abstimmung auf die Grössenverhältnisse des Verdampfungssystems abgestimmt.

Ein Nachteil der bekannten Vorrichtung besteht jedoch darin, dass nicht alle möglichen Parameter berücksichtigt werden, welche den Destilliervorgang beeinflussen könnten. So weist beispielsweise bereits die Kühlwassertemperatur in europäischen Breitengraden zwischen Sommer und Winter starke Schwankungen auf. So kann beispielsweise im Sommer die Kühlerleistung ungenügend sein, so dass im Kühler keine vollständige Kondensation mehr stattfindet und Lösungsmittel über die Wasserstrahlpumpe ins Abwasser gelangen kann. Ausserdem ist es oft nötig, die gleiche Verdampferanlage mit verschiedenen Kühlerarten auszurüsten, die möglicherweise auch verschiedene Kühlerleistungen aufweisen.

Es ist daher eine Aufgabe der Erfindung, ein Verfahren und eine Vorrichtung der eingangs genannten Art zu schaffen, bei denen unabhängig von Kühlerart und Kühlerleistung und bei beliebigen Siedetemperaturen eine vollständige Kondensation des Dampfes im Kühler erzielt wird, wobei das Destillierverfahren derart optimiert werden soll, dass die zu jedem Zeitpunkt zur Verfügung stehende Kühlerleistung jeweils optimal ausgenutzt wird. Ausserdem sollen die Hilfseinrichtungen automatisch abgeschaltet werden, wenn der Destilliervorgang beendet ist, so dass Wasser und elektrische Energie eingespart werden können. Eine Stilllegung der Hilfseinrichtungen soll auch bei Fehlmanipulationen oder beim Auftreten von Störungen automatisch erfolgen. Diese Aufgabe wird erfindungsgemäss mit einem Verfahren mit den Merkmalen gemäss Anspruch 1 und mit einer Vorrichtung mit den Merkmalen gemäss Anspruch 6 gelöst.

Während der erste Sensor am Anfang der Kühlzone den Beginn der Verdampfung ermittelt, dient der zweite Sensor dazu, den Kondensationsprozess in der Kühlzone zu optimieren. Dabei spielen die absoluten Drücke und Temperaturen innerhalb des Systems keine Rolle. Auch Schwankungen in der Kühlerleistung, beispielsweise durch sich verändernde Kühlmitteltemperatur, bleiben ohne nachteilige Wirkung auf den Destillationsprozess, da die beiden korrespondierenden Grössen Druck und Siedetemperatur in Abhängigkeit von der gerade herrschenden Kühlerleistung gebracht werden. Je nach der Platzierung der zweiten Sonde und je nach der Festlegung des Sollwerts in der Steuervorrichtung kann die Kondensationsfront in der Kühlzone verändert werden. Dabei wird man bestrebt sein, jeweils die gesamte zur Verfügung stehende Kühlerleistung voll auszunützen, so dass die Kondensation unabhängig von allen anderen Parametern jeweils unmittelbar vor dem Ende der Kühlzone abgeschlossen ist. Ersichtlicherweise wird so zuverlässig verhindert, dass beispielsweise Lösungsmitteldämpfe über die Vakuumpumpe aus dem System entweichen können. Auch die effektive Aussentemperatur und die Temperatur des Kühlmittels braucht bei der Durchführung der Destillation nicht mehr speziell berücksichtigt zu werden. Das Nachschlagen und Heraussuchen von Siedetemperaturen und Drücken sowie

das Lesen von Siedediagrammen entfällt völlig. Das Einstellen eines bestimmten Druckes am Gerät ist ebenso wenig notwendig wie das Vorwählen eines bestimmten Destillierprogrammes. Auch die Art der Vakuumerzeugung ist frei wählbar, so dass ersichtlicherweise in jedem Fall automatisch eine Optimierung der Destillation bei den jeweils vorhandenen Gegebenheiten erfolgt.

Vorzugsweise wird die Druckabsenkung beim Ermitteln des Verdampfungsbeginns mit dem ersten Sensor so lange fortgesetzt, bis am zweiten Sensor ein bestimmter Betriebszustand gemessen wird. Auf diese Weise tastet sich das System an den optimalen Betriebszustand heran, bei dem die gewünschte Kühlerleistung erreicht wird. Mit der Möglichkeit der stufenweisen Erhöhung des Druckes wird verhindert, dass in der Optimierungsphase sich die Kondensationsfront über den gewünschten Bereich hinaus verschieben kann.

Vorzugsweise werden am ersten und zweiten Sensor die Temperaturveränderungen pro Zeiteinheit gemessen, wobei die Veränderung vom Druck bei einem bestimmten Temperatur/Zeit-Gradienten als Vergleichsgrösse zum gemessenen Istwert erfolgt. Mit der Temperaturmessung kann relativ exakt festgestellt werden, ob an einem bestimmten Punkt im Kühlsystem Dampf vorhanden ist oder nicht. Wird ein bestimmter Temperatur/Zeit-Gradient für die Bildung eines Steuersignals ermittelt, so spielt die absolut gemessene Temperatur keine Rolle. Entscheidend ist lediglich eine spezifische Temperaturveränderung, welche anzeigt, wann das Vorbeiströmen von Dampf am Sensor ein- bzw. aussetzt.

Besonders vorteilhaft arbeitet das System, wenn beim Ermitteln eines bestimmten Temperatur/Zeit-Gradienten mit sinkender Temperatur am ersten Sensor die Steuervorrichtung ein Signal zum Unterbrechen des Destilliervorgangs abgibt. Die sinkende Temperatur zeigt an, dass am Kühleingang kein Dampf mehr eintritt und dass somit der Destillationsprozess beendet ist. Die Abschalteneinrichtung kann dabei so beschaffen sein, dass sie auch ohne vorheriges Ansteigen der Temperatur bei einem bestimmten Druck aktiviert wird, so dass die Vorrichtung auch bei irrtümlich leer geschlossenem Destilliergefäss wieder abgeschaltet wird, sobald nach einer bestimmten Druckabsenkung keine Temperaturveränderung erfolgt. Alternativ kann ein Abschalten der Vorrichtung auch über die Ermittlung einer absoluten Temperaturdifferenz am ersten Sensor erfolgen.

Selbstverständlich könnten alternativ zu den beiden Temperatursensoren auch andere Sensorsysteme wie z. B. Dampfsensoren oder Tropfenzähler eingebaut werden. Auch die Anordnung von Druckfühlern wäre denkbar, falls in der Kühlzone eine messbare Druckdifferenz vorliegt, welche Rückschlüsse auf einen bestimmten Betriebszustand erlaubt.

Die Sensoren werden vorzugsweise innerhalb des Kühlers angeordnet, um eine Beeinträchtigung des Messergebnisses zu vermeiden. Je nach Kühlerart können die Sensoren aber auch auf der Aussenseite des Kühlers angeordnet sein. Dabei kann es sich im Einzelfall als besonders vorteilhaft erweisen, wenn die Sensoren in Durchflussrichtung des Kühlers verstellbar angeordnet sind. Durch Verschieben der Sensoren, insbesondere des zweiten Sensors, kann so auf besonders einfache Weise eine Verschiebung der Kondensationsfront am Kühler erreicht werden. So könnte beispielsweise bei einem besonders giftigen Lösungsmittel die zweite Sonde relativ nahe zur ersten Sonde geschoben werden, um eine gewisse Sicherheitszone zwischen zweiter Sonde und Kühlerende zu erzielen, in der eine restlose Kondensation erfolgt.

In bestimmten Anwendungsfällen genügt ein einziger Temperatursensor am Kühleranfang. Ein derartiges Verfahren ist gekennzeichnet durch die Merkmale im Anspruch 15. Dieses Verfahren ist angezeigt, wenn nur ein einziger Sensor

zur Verfügung steht oder wenn in einem bekannten System unter vorgegebenen, nicht optimierten Bedingungen destilliert werden soll.

Ein Ausführungsbeispiel der Erfindung wird in den Zeichnungen dargestellt und nachstehend genauer beschrieben. Es zeigen:

Figur 1 eine schematische Darstellung einer erfindungsgemässen Vorrichtung an einem Rotationsverdampfer,

Figur 2 ein Diagramm mit den Funktionen Druck und Temperatur in Abhängigkeit von der Zeit beim Beginn des Destilliervorgangs,

Figur 3 ein Diagramm mit der Temperatur pro Zeiteinheit an der zweiten Sonde während des Destilliervorgangs, und

Figur 4 ein Ausführungsbeispiel eines Kühlers mit verstellbarer Sonde.

Wie in Figur 1 dargestellt, lässt sich das erfindungsgemässe Verfahren besonders vorteilhaft an einem Rotationsverdampfer realisieren. Bei Rotationsverdampfern lassen sich bereits bestimmte Vorgänge weitgehend automatisieren, womit das erfindungsgemässe Destillierverfahren noch rationeller gestaltet werden kann. Figur 1 zeigt einen Rotationsverdampfer 1 mit einem antreibbaren höhenverstellbaren Stativ 11, wie es beispielsweise durch die EP-A-149 972 der Anmelderin bekannt geworden ist. Das Destilliergefäss 2, welches die zu destillierende Flüssigkeit aufnimmt, ist in ein Wasserbad 8 eingetaucht, das mit Hilfe einer Heizeinrichtung 37 erhitzt werden kann. Der Antriebsmotor 10 versetzt das Destilliergefäss 2 während der Destillation in eine dauernde Drehbewegung um die eigene Achse. Das verdampfte Lösungsmittel gelangt in den Kühler 3, in dem eine Kühlschlange 7 angeordnet ist. Die Kühlschlange 7 wird über eine Kühlwasserzufuhr 14 mit Kühlwasser versorgt. Selbstverständlich wäre auch ein anderes Kühlmedium denkbar. Das Destillat fliesst vom Kühler 3 nach unten in die Vorlage 9. Um die Siedetemperatur zu reduzieren, erfolgt die Verdampfung unter Vakuum, wobei über eine Vakuumleitung 15 ein Unterdruck an den Kühler 3 angelegt wird. Zur Vakuumerzeugung dient eine Vakuumpumpe 4, die im dargestellten Ausführungsbeispiel eine Wasserstrahlpumpe ist. Auch hier wären beliebige andere Vakuumpumpen denkbar.

Am Kühleranfang 13 ist ein erster Sensor 5 angeordnet, der beim dargestellten Ausführungsbeispiel ein Temperatursensor ist. Zwischen dem ersten Sensor 5 und dem Kühlerende 12 ist ein zweiter Sensor 6 angeordnet, welcher ebenfalls ein Temperatursensor ist. Beide Sensoren 5 und 6 sind über Messleitungen 18 mit einer Steuervorrichtung 16 verbunden. Die Steuervorrichtung 16 registriert die Temperaturänderungen pro Zeiteinheit an den beiden Sonden 5 und 6 und vergleicht sie mit einem Temperatur-Zeit-Gradienten als Sollwert. Über eine Druckmessleitung 17 ermittelt die Steuervorrichtung auch den jeweiligen Systemdruck.

Die Kühlwasserzufuhr 14 ist mit einem Absperrventil 21 versehen, welches über eine Kühlwassersteuerleitung 20 in Steuerverbindung mit der Steuervorrichtung 16 steht. Auch die Wasserzufuhr für die Vakuumpumpe 4 kann über eine Pumpensteuerleitung 23 ein- oder ausgeschaltet werden. Schliesslich ist die Wasserstrahlpumpe 4 mit einem Vakuumentil 19 versehen, das von der Steuervorrichtung 16 her über eine Drucksteuerleitung 22 aktivierbar ist. Ein Belüftungsventil 40 zur Druckregulierung ist in die Druckmessleitung 17 integriert und befindet sich vorzugsweise direkt innerhalb der Steuervorrichtung 16. Die Steuervorrichtung 16 steht über eine Rotationsverdampfer-Steuerleitung 24 auch in Wirkverbindung mit dem Rotationsverdampfer 1 bzw. mit dem Schnellheberstativ 11 und der Heizeinrichtung 37.

Der Ablauf eines erfindungsgemässen Verfahrens bzw. die Funktion der Vorrichtung wird nachstehend anhand ei-

nes konkreten Beispiels beschrieben. Dabei treten am Anfang des Destilliervorgangs die in Figur 2 dargestellten Drücke und Temperaturen auf. Auf der oberen Ordinate 25 ist der Systemdruck in Millibar eingetragen. Die untere Ordinate 26 zeigt die Temperatur in Grad Celsius, wobei die Kurve 31 der Temperatur an der ersten Sonde und die Kurve 32 der Temperatur an der zweiten Sonde entspricht. Auf der Abszisse 27 ist die Zeit in Sekunden eingetragen.

Beim nachstehend beschriebenen Beispiel ist die kristalline Substanz X in einem Gemisch aus Wasser und Methanol gelöst. Das Lösungsmittelgemisch soll abdestilliert werden, um die reine Substanz X zurückzugewinnen. Dabei wird angenommen, dass sich die Substanz X oberhalb 70 °C zersetzt, so dass eine Siedetemperatur von 60 °C unter keinen Umständen überschritten werden darf.

Zur Vorbereitung des Destilliervorgangs wird die Badtemperatur am Wasserbad 8 an der Heizeinrichtung 37 auf maximal 60 °C eingestellt. Darauf wird das Destilliergefäss 2 mit der zu destillierenden Lösung an den Rotationsverdampfer 1 angeschlossen und mit Hilfe des Stativs 11 in das Wasserbad 8 abgesenkt. Die Bedienungsperson hat darauf nur noch die Starttaste zu drücken, um den automatischen Destilliervorgang in Gang zu setzen. Die Steuervorrichtung 16 öffnet das Absperrventil 21 für die Kühlmittelzufuhr 14 und setzt die Wasserstrahlpumpe 4 in Betrieb. Mit einer definierten Rate von ca. 2 mbar/s wird der Druck im System so lange abgesenkt, bis an der ersten Sonde 5 ein Temperatur/Zeit-Gradient von ca. 0,3 °C/s ermittelt wird. Dieser Messwert signalisiert das Vorhandensein von Dampf am ersten Sensor 5, woraus auf den Beginn des Destilliervorgangs geschlossen werden kann. Dieser Betriebszustand, der nach ca. 80 Sekunden eintritt, ist in Figur 2 mit der Linie 30 dargestellt. Diese erste Zeitspanne entspricht der Startphase 28, während der im Kühler 3 noch keine Kondensation stattfindet.

Wäre im Destilliergefäss 2 irrtümlich keine Flüssigkeit enthalten, so würde die Vakuumpumpe 4 den Druck bis zum Erreichen der maximalen Pumpenleistung absenken, wie mit der Kurve 34 angedeutet ist. Dabei würde jedoch der erste Sensor 5 keine relevante Temperaturerhöhung feststellen, so dass die Steuervorrichtung 16 den Prozess automatisch wieder stoppen würde.

Beim Einsetzen des Verdampfungsprozesses bzw. beim Beginn der Kondensation am ersten Sensor 5 beträgt der Systemdruck ca. 320 mbar. Die Steuervorrichtung 16 steuert nun die Vakuumpumpe 4 derart an, dass der Druck während ca. 15 Sekunden auf diesem Niveau gehalten wird. Wird innerhalb dieser 15 Sekunden am zweiten Sensor 6 kein relevanter Temperaturanstieg ermittelt, so wird die Druckabsenkung weiter fortgesetzt, um nach einem bestimmten Zeitschnitt abermals den Druck auf einem konstanten Niveau zu halten. Die mit der Position 33 dargestellte stufenweise Druckabsenkung wird so lange fortgesetzt, bis auch an der zweiten Sonde 6 ein relevanter Temperaturanstieg ermittelt wird. Die Zeitspanne, während der der Druck stufenweise abgesenkt wird, kann als Optimierungsphase 29 bezeichnet werden. In dieser Zeitspanne steigt die Temperatur an der ersten Sonde 5 kontinuierlich weiter, wie die Kurve 31 zeigt. Bis zum Erreichen der Kondensationsfront an der zweiten Sonde 6 sinkt die Temperatur an dieser Sonde geringfügig, was mit der Einwirkung des Kühlmediums zusammenhängt.

Sobald die Sonde 6 den relevanten Temperatur/Zeit-Gradienten ermittelt, wird über die Steuervorrichtung 16 der Druck im System konstant gehalten, der im Ausführungsbeispiel jetzt ca. 200 mbar beträgt. Dies ist der optimale Systemdruck, der bis zur Beendigung des Destilliervorgangs beibehalten wird. Die Temperatur an der ersten Sonde 5 ist inzwischen auf ca. 33 °C angestiegen und erreicht nach ein bis zwei Minuten das Gleichgewichtsniveau von ca. 35 °C.

Alternativ zur Veränderung des Druckes könnte die Steuervorrichtung selbstverständlich auch die Heizleistung an der Heizeinrichtung 37 beeinflussen. Eine Regelung über die Temperatur wäre jedoch relativ träge und im übrigen sind durch die maximal zulässigen Siedetemperaturen bestimmte Grenzen gesetzt, welche auf keinen Fall überschritten werden dürfen.

Wie Figur 3 zeigt, wird über die Steuervorrichtung 16 der Druck derart geregelt, dass die Temperatur an der zweiten Sonde 6 immer etwa in einem Toleranzbereich 35 konstant gehalten wird. Steigt die Temperatur an, wie mit der Kurve 38 angedeutet, so bedeutet dies, dass die Kondensationsfront sich über den zweiten Sensor 6 hinaus verschiebt und der Kühler 3 keine genügende Kühlerleistung mehr erbringt. Dabei besteht die Gefahr, dass Lösungsmitteldämpfe über die Vakuumpumpe ins Abwasser gelangen. Um dies zu verhindern betätigt die Steuervorrichtung 16 automatisch das Belüftungsventil 40, womit ein Druckanstieg bewirkt wird. Das Belüftungsventil 40 belüftet das System so lange, bis die Temperatur an der Sonde 6 absinkt, was auf vollständige Kondensation der Dämpfe an dieser Stelle hinweist. Der sinkende Temperatur/Zeit-Gradient, wie mit der Position 39 angedeutet, bewirkt ein Schliessen des Belüftungsventils 40 und ein Halten dieses optimierten Druckes.

Bei den genannten optimierten Gleichgewichtsbedingungen von ca. 200 mbar Systemdruck und 35 °C an der ersten Sonde 5 wird so lange weiter destilliert, bis im Destilliergefäss 2 kein Methanol mehr vorhanden ist. Dies hat zur Folge, dass zuerst an der zweiten Sonde 6 und dann auch an der ersten Sonde 5 die Temperatur sinkt. Sobald an der ersten Sonde 5 ein bestimmter Temperatur/Zeit-Gradient mit sinkender Temperatur oder aber auch eine bestimmte absolute Temperatur erreicht wird, öffnet die Steuervorrichtung 16 das Belüftungsventil 40 und schliesst das Absperrventil 21. Gleichzeitig werden die Wasserstrahlpumpe 4, der Antriebsmotor 10 und die Heizeinrichtung 37 abgeschaltet. Bei einem mit Automatik ausgerüsteten Schnellheberstativ 11 hebt das Stativ das Destilliergefäss 2 automatisch aus dem Wasserbad 8. Gleichzeitig kann ein akustisches Signal ausgelöst werden, das dem im Labor anwesenden Bedienungspersonal anzeigt, dass der Destilliervorgang abgeschlossen ist.

Da im vorliegenden Beispiel die zu destillierende Flüssigkeit ein Lösungsmittelgemisch ist, kann dieses nicht in einem

einzigem Arbeitsgang abgetrennt werden. Vielmehr ist es nötig, nach dem Abtrennen des Methanols die Vorlage zu wechseln. Danach wird das Destilliergefäss 2 wiederum abgesenkt und die Starttaste erneut gedrückt. Da im Destilliergefäss 2 nun praktisch eine rein wässrige Lösung der Substanz X vorhanden ist, sinkt der Druck beim zweiten Arbeitsgang in der Startphase 28 auf ein tieferes Niveau von ca. 110 mbar, bevor die Temperatur an der ersten Sonde 5 ansteigt. In der Optimierungsphase 29 wird der Druck wiederum stufenweise so lange abgesenkt, bis an der zweiten Sonde 6 der gewünschte Temperatur/Zeit-Gradient ermittelt wird. Die Temperatur an der ersten Sonde 5 beträgt nun ca. 35 °C und der Systemdruck beträgt ca. 50 mbar. Bei diesen Bedingungen wird die Destillation auf die gleiche Weise automatisch zu Ende geführt, bis an der ersten Sonde 5 nach dem vollständigen Verdampfen der Lösung wiederum ein Temperaturrückgang festgestellt wird.

In Figur 4 ist ein Ausführungsbeispiel eines Kühlers 3 mit verstellbaren Sensoren dargestellt. Die Sensoren sind dabei an einer Sensorenhalterung 36 befestigt, die in Pfeilrichtung A parallel zur Kühlerschlange 7 verschiebbar ist. So können auf besonders einfache Weise die Messpunkte verschoben werden. Der zweite Sensor 6 wird vorteilhaft immer so angeordnet, dass bis zum Kühlerende 12 noch ein oder mehrere Kühlschlangenwindungen folgen, so dass bei einem plötzlich auftretenden Temperaturanstieg bzw. bei einem raschen Fortschreiten der Kondensationsfront die Trägheit des Regelsystems kompensiert werden kann. Damit wird verhindert, dass auch bei einem raschen Temperaturanstieg Lösungsmitteldämpfe in die Vakuumpumpe gelangen können.

Selbstverständlich ist das erfindungsgemässe Verfahren nicht auf Rotationsverdampfer oder labormässige Destillieranlagen beschränkt. Es kann auch bei grosstechnischen Destillieranlagen eingesetzt werden. Ersichtlicherweise können dabei die über die Sensoren 5 und 6 erzeugten Steuersignale auch noch für weitere, hier nicht erwähnte Prozesssteuerungen eingesetzt werden. Das erfindungsgemässe Verfahren lässt sich auch bei extremen Temperatursituationen mit sehr tiefen Siedetemperaturen und einem tiefen Systemdruck realisieren.

45

50

55

60

65

670 773

3 Blatt Blatt 1

Fig. 1

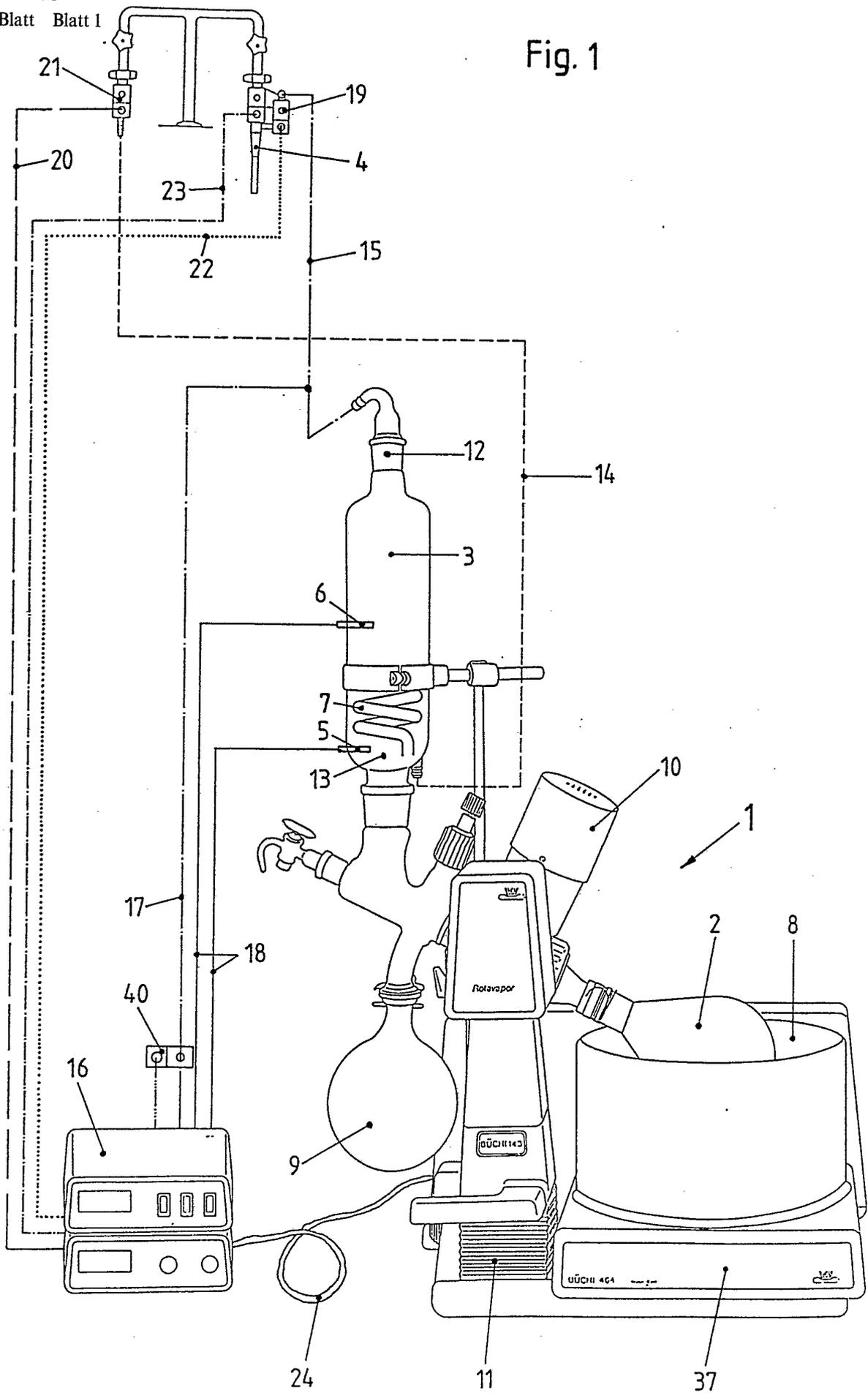
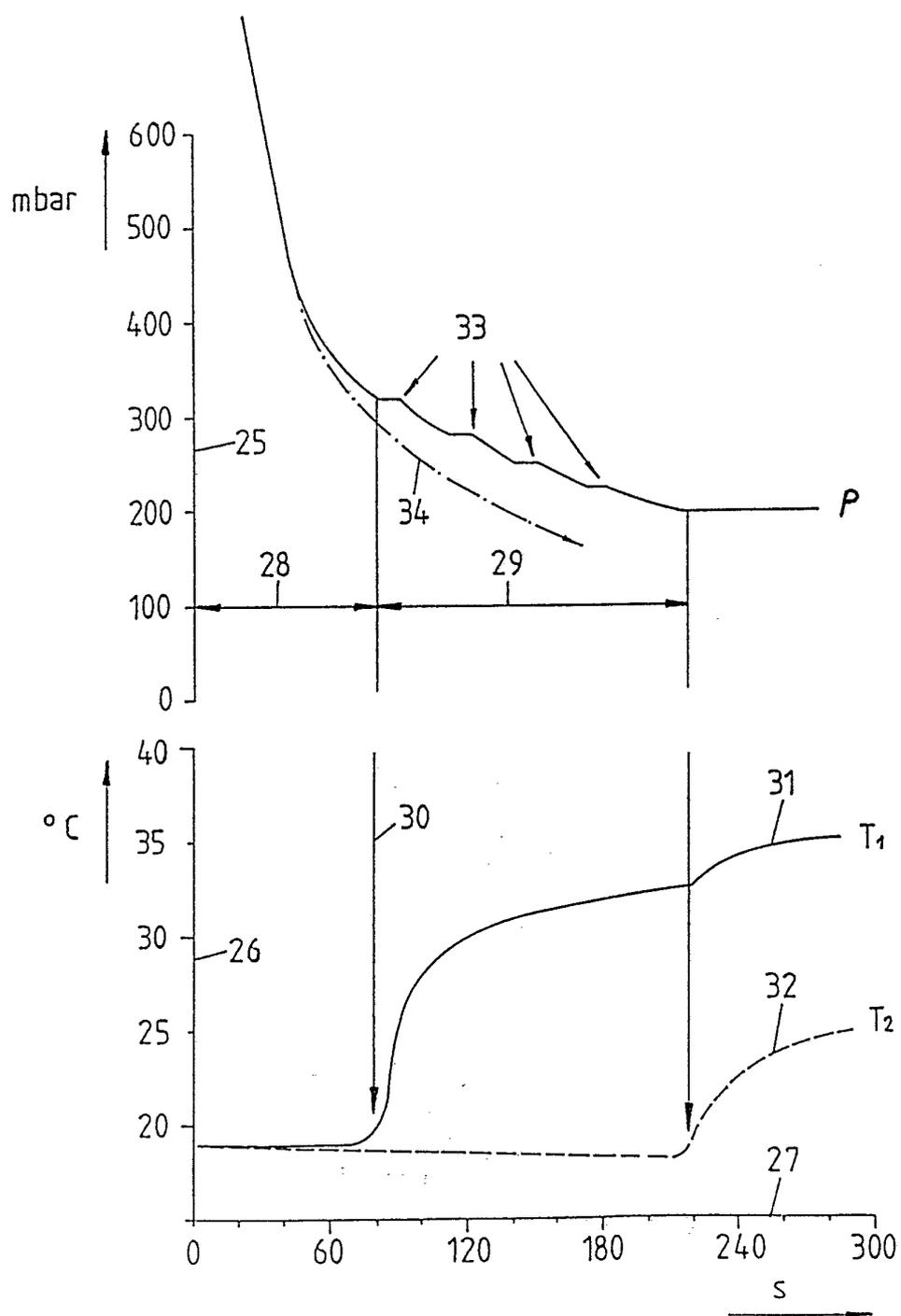


Fig. 2



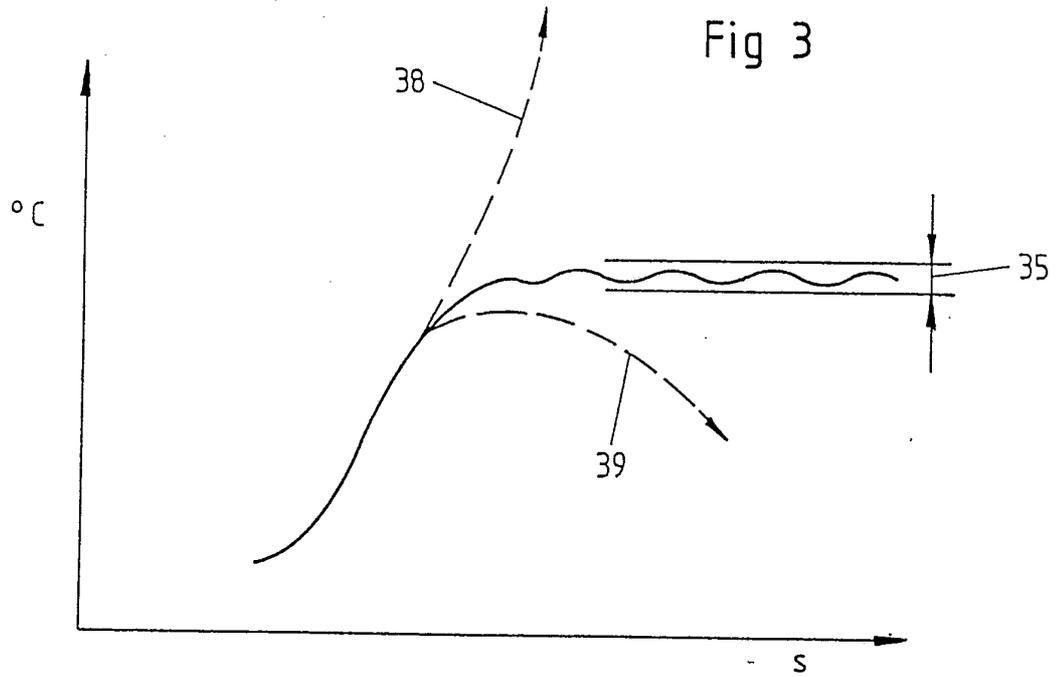


Fig. 4

