

# Eine automatische Kristallisationseinrichtung für industrielle Zwecke.

Von

D. v. Klobusitzky, Sao Paulo und Bogotá.

Mit 2 Abbildungen.

(Eingelangt am 18. Aug. 1949. Vorgelegt in der Sitzung am 13. Okt. 1949.)

Das Umkristallisieren organischer Substanzen bedeutet in der Industrie eine Arbeitsphase, welche meistens eine „individuelle“, das

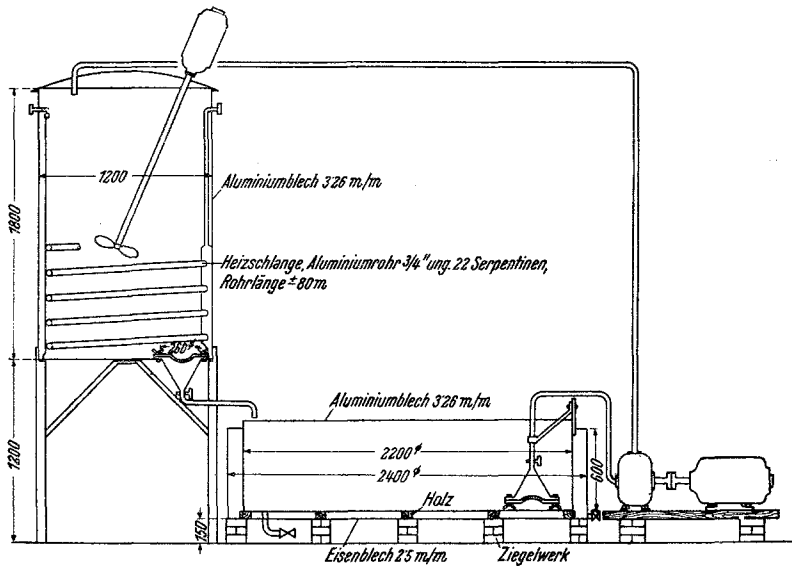


Abb. 1.

heißt der zu reinigenden Substanz und dem geeigneten Lösungsmittel angepaßte Apparatur erfordert.

Der Verf. sah sich während des Krieges, als sehr verschiedene organische Primärprodukte, welche vorher in Brasilien nicht hergestellt

wurden, ausblieben, vor die Aufgabe gestellt, in einem beschränkten Raume möglichst große Mengen an solchen Substanzen herzustellen und durch Umkristallisieren zu reinigen. Zu diesem Zwecke hat er die in Abb. 1 abgebildete Apparatur bei einer Firma (Mecanica e Caldeiraria „Globus“ Ltda. — S. Paulo, Brasilien) konstruieren lassen, welche sich als sehr leistungsfähig erwiesen hat.

Der Apparat besteht aus drei Teilen, und zwar aus einem runden, auf hohen Füßen stehenden, 1000 l fassenden *Auflösungsgefäß*, aus einem flachen, gleichfalls runden *Kristallisierkasten* und aus einer *Druck- und Saugpumpe*.

Das Auflösungsgefäß kann durch eine Dampfspirale geheizt werden und in seinem Deckel ist ein Rührwerk eingebaut. Der Boden des Gefäßes ist — außer mit dem gewöhnlichen Abflaßhahn — mit einem Abflußtrichter versehen (Abb. 2). Derselbe enthält zwischen zwei mit über 200 untereinander kongruierenden Löchern von 2 mm Durchmesser durchbohrten Platten das geeignete Filtermaterial (z. B. zwischen Rohseide ein Filtrierpapier) und trägt an seinem Ausgangsrohr einen Hahn.

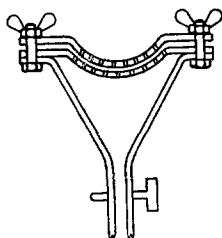


Abb. 2.

Der Kristallisierkasten ist in ein Wasserbad, welches mittels strömenden Wassers gekühlt werden kann, einmontiert und enthält außer seinem Abflaß-

hahn einen ähnlichen Trichter wie das Auflösungsgefäß, jedoch mit seiner weiten Öffnung nach unten, fast bis zum Boden des Kastens reichend, befestigt. Durch eine Rohrleitung kann mittels der elektrisch betriebenen Druck- und Saugpumpe das Lösungsmittel durch diesen Filtriertrichter aus dem Kasten abgesaugt und dem Auflösungsgefäß zugeführt werden.

Mit Hilfe dieser Einrichtung konnte man mit geringem Lösungsmittelverlust relativ große Substanzmengen in verhältnismäßig kurzer Zeit umkristallisieren, vorausgesetzt, daß die Löslichkeitsverhältnisse der zu reinigenden Substanz bei der Siedetemperatur des Lösungsmittels und bei der Temperatur des Kühlwassers dies ermöglichen.

Als Beispiel für die Leistungsfähigkeit der Einrichtung soll die Reinigung der Dehydrocholsäure angeführt werden. Diese Säure löst sich in siedendem dest. Wasser in dem Verhältnis von 1 : 1000 und in dem gleichen Lösungsmittel bei 50° C bis zu einer Konzentration von 0,25 pro Mill. Die einmal aus Alkohol umkristallisierte Säure vom Schmp. 182 bis 185° wurde in dem Auflösungsgefäß in siedendem dest. Wasser aufgelöst, durch den Abflußtrichter in den Kristallisierkasten abgelassen und, sobald in diesem die Temperatur der Lösung auf 50° gesunken war, das dest. Wasser, welches nunmehr 0,25 pro Mill. Säure enthielt, mittels der Pumpe wiederum in das Auflösungsgefäß, in das neue Säure hinzu-

Eine automatische Kristallisationseinrichtung für industrielle Zwecke. 131

gefügt wurde, zurückgeführt, um mittels Dampf wiederum auf  $100^{\circ}$  erhitzt zu werden. Auf diese Weise konnte man bei einer 10stündigen Benützung täglich 4 bis 5 kg Dehydrocholsäure vom Schmp.  $197$  bis  $198^{\circ}$  gewinnen. Um die Einrichtung auch für flüchtige Lösungsmittel verwenden zu können, wurden die Deckel sowohl des Auflösungsgefäßes, als auch des Kristallisierkastens mit abmontierbaren Rückflußkühlern von je 2 qm Kühlfläche versehen (ein Kühler für das Auflösungsgefäß und zwei für den Kristallisierkasten).

Die Einrichtung wurde, mit Ausnahme der Druck- und Saugpumpe, welche aus Monelmetall angefertigt war, aus Aluminium hergestellt.