



(10) **DE 20 2017 003 004 U1** 2017.08.10

(12)

Gebrauchsmusterschrift

(21) Aktenzeichen: **20 2017 003 004.7**

(22) Anmeldetag: **07.06.2017**

(47) Eintragungstag: **05.07.2017**

(45) Bekanntmachungstag im Patentblatt: **10.08.2017**

(51) Int Cl.: **B01D 3/08 (2006.01)**

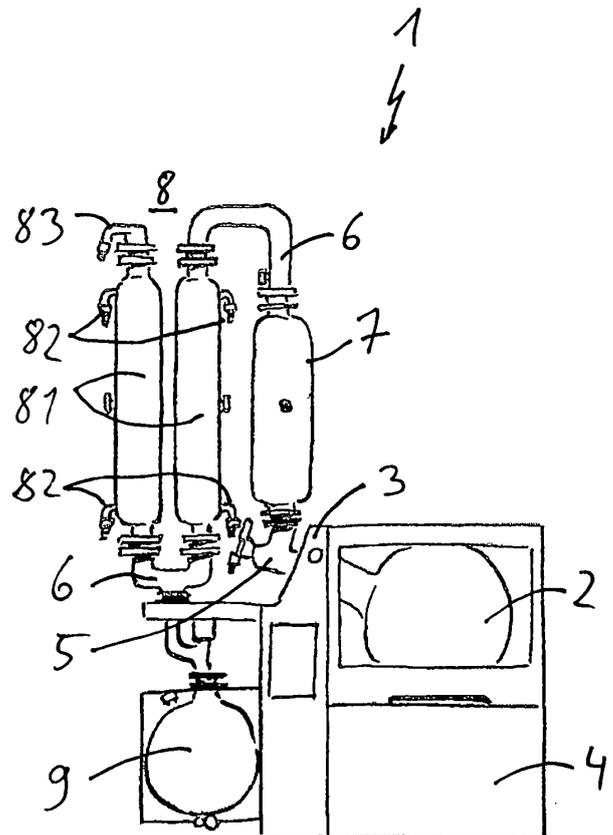
(73) Name und Wohnsitz des Inhabers:
**Heidolph Instruments GmbH & Co. KG, 91126
Schwabach, DE**

(74) Name und Wohnsitz des Vertreters:
**Prüfer & Partner mbB Patentanwälte
Rechtsanwalt, 81479 München, DE**

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen.

(54) Bezeichnung: **Rotationsverdampfer**

(57) Hauptanspruch: Rotationsverdampfer (1) zum Gewinn eines Destillats aus einem Stoffgemisch, enthaltend: einen drehbar angeordneten Verdampfungskolben (2) zur Aufnahme des Stoffgemischs, eine Einrichtung (4, 83) zum Verdampfen des Destillats aus dem Stoffgemisch in dem Verdampfungskolben, einen Kondensator (8) zum Wiederverflüssigen des verdampften Destillats und zumindest eine in einem Dampfweg zwischen dem Verdampfungskolben und dem Kondensator angeordnete Füllkörperkolonne (7), die mit Füllkörpern (73) aus einem Material gefüllt ist, das zum Aufkonzentrieren des verdampften Destillats geeignet ist.



Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf einen Rotationsverdampfer zum Gewinnen eines Destillats aus einem Stoffgemisch.

[0002] Ein Rotationsverdampfer ist ein Laborgerät, das einen über einen Rotationsantrieb um eine schräg angeordnete Drehachse drehbaren Verdampfungskolben zur Aufnahme des Stoffgemischs enthält. Durch teilweises Eintauchen des Verdampfungskolbens in ein Heizbad und/oder Anlegen eines Unterdrucks wird das Stoffgemisch verdampft und in einen Kondensator geleitet, wo es gekühlt und dadurch verflüssigt wird und in einen Auffangkolben fließt. Ein solcher Rotationsverdampfer ist beispielsweise in der deutschen Offenlegungsschrift DE 10 2013 2014 459 A1 beschrieben.

[0003] Um ein Destillat mit hohem Reinheitsgrad zu gewinnen, kann es erforderlich sein, den Destillationsvorgang mehrmals hintereinander durchzuführen, was jedoch aufwändig und zeitintensiv ist. Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung besteht daher darin, einen Rotationsverdampfer bereitzustellen, bei dem ein Reinheitsgrad eines durch einen einzigen Destillationsvorgang gewonnenen Destillats verbessert ist.

[0004] Diese Aufgabe wird gelöst durch einen Rotationsverdampfer gemäß Schutzanspruch 1. Weiterbildungen der Erfindung sind in den Unteransprüchen angegeben.

[0005] Der erfindungsgemäße Rotationsverdampfer dient zum Gewinnen eines Destillats aus einem Stoffgemisch und enthält einen drehbar angeordneten Verdampfungskolben zur Aufnahme des Stoffgemischs, eine Einrichtung zum Verdampfen des Destillats aus dem Stoffgemisch in dem Verdampfungskolben, einen Kondensator zum Wiederverflüssigen des verdampften Destillats und zumindest eine in einem Dampfweg zwischen dem Verdampfungskolben und dem Kondensator angeordnete Füllkörperkolonne, die mit Füllkörpern aus einem Material gefüllt ist, das zum Aufkonzentrieren des verdampften Destillats geeignet ist. Unter Füllkörperkolonne ist dabei ein geschlossener gasdichter Behälter beliebiger Form mit einem Einlass und einem Auslass für den Dampf zu verstehen, der so mit Füllkörpern gefüllt ist, dass der Dampf bei seinem Durchtritt durch den Behälter zwischen den Füllkörpern vorbeistreicht. Mit einem solchen Rotationsverdampfer kann beispielsweise ein Destillat mit erhöhtem Reinheitsgrad mit einer verringerten Anzahl von Destillationsiterationen, möglicherweise in einem einzigen Destillationsschritt, gewonnen werden. Reinheitsgrad bezeichnet dabei den Anteil eines erwünschten Stoffes an dem gewonnenen Destillat.

[0006] Vorzugsweise ist das Material der Füllkörper geeignet um den durchtretenden Dampf am schnellen Durchtritt zu hindern und den schon reinen teilweise Dampf wieder abzukondensieren und somit nochmalig zu verdampfen und somit einen höheren Reinheitsgrad zu erlangen. Dadurch kann beispielsweise das verdampfte Destillat bei seinem Durchtritt durch die Füllkörperkolonne wirkungsvoll aufkonzentriert werden.

[0007] Vorzugsweise sind die Füllkörper aus Zeolithen, Glas oder Kunststoff gebildet. Dadurch können beispielsweise einfach und preisgünstig herzustellende und dennoch wirkungsvolle Füllkörper verwendet werden.

[0008] Vorzugsweise sind die Füllkörper als flache polygonale, vorzugsweise dreieckige oder runde Plättchen oder als Kügelchen gebildet und/oder die Oberfläche der Füllkörper ist unregelmäßig und/oder zerklüftet gebildet. Dadurch kann beispielsweise eine große Gesamtoberfläche der Füllkörper in der Füllkörperkolonne erzielt werden.

[0009] Vorzugsweise ist die Füllhöhe der Füllkörper in der Füllkörperkolonne abhängig von dem zu gewinnenden Destillat, von dem gewünschten Reinheitsgrad und/oder von der Geschwindigkeit des Dampfes gewählt. Dadurch kann beispielsweise die Füllkörperkolonne für die jeweilige Anwendung optimiert werden.

[0010] Vorzugsweise ist die Füllkörperkolonne mit Füllkörpern aus voneinander verschiedenen Materialien und/oder mit voneinander verschiedenen Formen gefüllt. Dadurch kann beispielsweise das Destillat schneller und mit einer höheren Reinheit hergestellt werden.

[0011] Vorzugsweise ist die Füllkörperkolonne beheizbar. Dadurch kann beispielsweise die Aufkonzentrierungswirkung verbessert und eine Anwendung für Hochsieder wie Glykole, Erdöle, höherwertige Alkohole und dergleichen ermöglicht werden.

[0012] Vorzugsweise ist mehr als eine Füllkörperkolonne in dem Dampfweg zwischen dem Verdampfungskolben und dem Kondensator angeordnet. Dadurch kann beispielsweise die Aufkonzentrierungswirkung erhöht werden.

[0013] Vorzugsweise weisen zumindest zwei dieser Füllkörperkolonnen voneinander verschiedene Querschnitte und/oder Längen auf und/oder sind mit Füllkörpern aus voneinander verschiedenen Materialien und/oder mit voneinander verschiedenen Formen und/oder bis zu voneinander verschiedenen Füllhöhen gefüllt. Dadurch können beispielsweise die einzelnen Füllkörperkolonnen daran angepasst werden, jeweils das Destillat aufzukonzentrieren.

[0014] Vorzugsweise ist die Einrichtung zum Verdampfen des Stoffgemisches eine Einrichtung zum Heizen des Verdampfungskolbens, vorzugsweise ein Wasserbad, oder eine Einrichtung zum Erzeugen eines Unterdrucks in dem Verdampfungskolben. Dadurch kann beispielsweise das Verhältnis des Dampfdrucks des Destillats in dem Stoffgemisch zu dem in der Umgebung erhöht werden, so dass das Stoffgemisch leichter verdampft.

[0015] Ein erfindungsgemäßes Verfahren zum Gewinnen eines Destillats aus einem Stoffgemisch enthält die Schritte: Einfüllen des Stoffgemischs in einen Verdampfungskolben eines Rotationsverdampfers, Verdampfen eines Mehrphasengemisches aus dem Stoffgemisch, Durchleiten des verdampften Mehrphasengemisches durch eine Füllkörperkolonne, die mit Füllkörpern aus einem Material gefüllt ist, das zum Aufkonzentrieren der leichter flüchtigen Komponente des dampfförmig vorliegenden Mehrphasengemischs geeignet ist, und Verflüssigen des Dampfes mittels eines Kondensators. Mittels eines solchen Verfahrens kann beispielsweise ein Destillat mit höherem Reinheitsgrad gewonnen werden, ohne dass eine mehrfache Destillation erforderlich ist.

[0016] Vorzugsweise liegt das Stoffgemisch, aus dem das Destillat gewonnen werden soll, in kondensierter Phase vor. Dadurch kann beispielsweise das Destillat einfach durch einen Rotationsverdampfer gewonnen werden.

[0017] Das erfindungsgemäße Verfahren kann auch durch die oben beschriebenen Weiterbildungen des Rotationsverdampfers weitergebildet sein.

[0018] Weitere Merkmale und Zweckmäßigkeiten der Erfindung ergeben sich aus der Beschreibung von Ausführungsbeispielen anhand der beigefügten Zeichnungen.

[0019] Fig. 1a zeigt eine schematische Darstellung einer Ausführungsform eines Rotationsverdampfers gemäß der vorliegenden Erfindung.

[0020] Fig. 1b zeigt schematisch eine in dem in Fig. 1a gezeigten Rotationsverdampfer enthaltene Füllkörperkolonne.

[0021] Mit Bezug auf Fig. 1a und Fig. 1b wird im Folgenden eine Ausführungsform eines Rotationsverdampfers **1** gemäß der vorliegenden Erfindung beschrieben.

[0022] Ein beispielsweise als Rundkolben ausgebildeter Verdampfungskolben **2** wird von einem Rotationsantrieb **3** drehbar gehalten. Unterhalb des Verdampfungskolbens **2** ist ein Heizbad **4** angeordnet. Der Verdampfungskolben **2** und das Heizbad **4** sind relativ zueinander höhenverstellbar angeordnet. Da-

bei kann der Verdampfungskolben **2** bzw. das Heizbad **4** so angehoben und abgesenkt werden, dass der Verdampfungskolben **2** sowohl zumindest teilweise in das Heizbad eingetaucht als auch ganz aus ihm herausgehoben sein kann. Ein Dampfweg ist aus einer Dampfdurchführung **5** durch den Rotationsantrieb **3**, einer oder mehreren Dampfleitungen **6**, einer Füllkörperkolonne **7** und einem Kondensator **8** gebildet. Unter dem Kondensator **8** ist ein Auffangkolben **9** für verflüssigtes Destillat angeordnet.

[0023] Die Füllkörperkolonne **7** weist eine rohrförmige Wandung **71** auf, die vorzugsweise senkrecht angeordnet ist. An dem oberen und unteren Ende sind je einen Anschlussstutzen **72** zum Anschließen der Dampfdurchführung **5** und oder der Dampfleitungen **6** angeordnet. Die Füllkörperkolonne **7** ist in loser Schichtung mit Füllkörpern **73** aus einem Material gefüllt, das zum Aufkonzentrieren des Dampfes geeignet ist. Die Form der Füllkörper **73** ist so gewählt, dass einerseits ein guter Durchtritt des Dampfes durch die Füllkörperkolonne **7** gewährleistet ist, andererseits eine möglichst große Oberfläche der Füllkörper **73** dem Dampf ausgesetzt ist. Im dargestellten Beispiel sind die Füllkörper **73** als dreieckige Plättchen gebildet. Sie können aber auch andere geeignete Formen haben, beispielsweise als Plättchen mit regelmäßigem oder unregelmäßigem polygonalen Rand oder als runde Plättchen oder als Kügelchen geformt sein. Ferner ist die Oberfläche der Füllkörper vorzugsweise unregelmäßig und/oder zerklüftet gebildet. Vorzugsweise ist das Material der Füllkörper geeignet um den durchtretenden Dampf am schnellen Durchtritt zu hindern und den schon reinen teilweise Dampf wieder abzukondensieren und somit nochmalig zu verdampfen und somit einen höheren Reinheitsgrad zu erlangen. Beispielsweise können die Füllkörper **73** aus Zeolithen, Glas oder Kunststoff gebildet sein. Die Füllkörperkolonne **7** kann ganz mit den Füllkörpern **73** gefüllt sein oder nur bis zu einer bestimmten Höhe. Dabei kann die Füllhöhe der Füllkörper abhängig von dem zu gewinnenden Destillat, von der gewünschten Aufkonzentrierung und/oder von der Geschwindigkeit des Dampfes gewählt sein.

[0024] Der Kondensator **8** besteht aus einer oder mehreren Säulen **81**, durch die das verdampfte Mehrphasengemisch hindurchgeleitet wird, beispielsweise innerhalb einer (nicht gezeigten) helixförmigen Dampfleitung. Kühlmittelanschlüsse **82** dienen zum Zu- und Abführen eines die Dampfleitung umströmenden Kühlmittels. Vorzugsweise ist an dem Kondensator **8** ein Unterdruckanschluss **83** zum Anschließen einer (nicht gezeigten) Pumpe zum Erzeugen eines Unterdrucks angeordnet.

[0025] Im Betrieb wird zunächst ein Stoffgemisch, aus dem das Destillat gewonnen werden soll, in den Verdampfungskolben **2** eingefüllt. Das Stoffgemisch

kann beispielsweise flüssig oder pulverförmig sein. Dann wird der Verdampfungskolben **2** durch den Rotationsantrieb **3** in Drehung versetzt. Durch Eintauchen in das Heizbad **4** und/oder Anlegen eines Unterdrucks, durch den die Siedetemperatur des Stoffgemischs verringert werden kann, bis hin zu einem Vakuum (Druck unterhalb von 300 mbar) wird das Stoffgemisch verdampft. Dabei geht in der Regel nicht nur das gewünschte Destillat in den dampfförmigen Zustand über, sondern auch andere Teile des Stoffgemischs, so dass der Dampf ein aus mehreren Stoffen zusammengesetztes Mehrphasengemisch bildet, im einfachsten Fall ein Zweiphasengemisch.

und mit gleichen oder mit voneinander verschiedenen Füllkörpern gefüllt sein.

[0026] Durch die Drehung des Verdampfungskolbens **2** kann ein Teil des Stoffgemischs, beispielsweise ein dünner Flüssigkeitsfilm, an der Wandung des Verdampfungskolbens **2** anhaften, so dass die Oberfläche des Stoffgemischs vergrößert und die Verdampfung beschleunigt wird. Über den Dampfweg gelangt das verdampfte Mehrphasengemisch in die Füllkörperkolonne **7**, strömt zwischen den Füllkörpern **73** hindurch und wird durch diese aufkonzentriert. Vom Ausgang der Füllkörperkolonne **7** aus wird das verdampfte Destillat in den Kondensator **8** geleitet, wo es durch das die Dampfleitung umströmende Kühlmittel gekühlt wird und kondensiert. Das verflüssigte Destillat fließt in den Auffangkolben **9** und kann dort entnommen werden.

[0027] Durch die Verwendung einer in dem Dampfweg zwischen dem Verdampfungskolben und dem Kondensator angeordneten Füllkörperkolonne kann ein Destillat mit höherem Reinheitsgrad mit einer verringerten Anzahl von Destillationsiterationen, möglicherweise in einem einzigen Destillationsschritt, gewonnen werden. Das vereinfacht das Gewinnen eines hochreinen Destillats, beispielsweise eines ultrareinen Alkohols, und führt durch Verringerung der erforderlichen Prozessschritte zu einer erheblichen Zeitersparnis. Die Einsatzmöglichkeiten von Rotationsverdampfern können dadurch erweitert und neue Anwendungsgebiete und Industriezweige erschlossen werden.

[0028] Die Erfindung ist nicht auf das oben beschriebene konkrete Ausführungsbeispiel eingeschränkt. So kann beispielsweise die Füllkörperkolonne eine beliebige andere als die oben beschriebene Form aufweisen. Ferner kann beispielsweise die Füllkörperkolonne während des Durchtretens des Dampfes des Mehrphasengemischs beheizt werden, wozu beispielsweise ein Heizelement an der Füllkörperkolonne angeordnet sein kann. Ferner kann beispielsweise mehr als eine Füllkörperkolonne in dem Dampfweg zwischen dem Verdampfungskolben und dem Kondensator angeordnet sein, wodurch die Reinigungswirkung weiter verbessert wird. Die einzelnen Füllkörperkolonnen können gleich oder unterschiedlich sein

ZITATE ENTHALTEN IN DER BESCHREIBUNG

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde automatisiert erzeugt und ist ausschließlich zur besseren Information des Lesers aufgenommen. Die Liste ist nicht Bestandteil der deutschen Patent- bzw. Gebrauchsmusteranmeldung. Das DPMA übernimmt keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

Zitierte Patentliteratur

- DE 1020132014459 A1 [0002]

Schutzansprüche

1. Rotationsverdampfer (1) zum Gewinnen eines Destillats aus einem Stoffgemisch, enthaltend: einen drehbar angeordneten Verdampfungskolben (2) zur Aufnahme des Stoffgemischs, eine Einrichtung (4, 83) zum Verdampfen des Destillats aus dem Stoffgemisch in dem Verdampfungskolben, einen Kondensator (8) zum Wiederverflüssigen des verdampften Destillats und zumindest eine in einem Dampfweg zwischen dem Verdampfungskolben und dem Kondensator angeordnete Füllkörperkolonne (7), die mit Füllkörpern (73) aus einem Material gefüllt ist, das zum Aufkonzentrieren des verdampften Destillats geeignet ist.

2. Rotationsverdampfer (1) gemäß Anspruch 1, bei dem das Material der Füllkörper (73) zum Aufkonzentrieren des Dampfes geeignet ist.

3. Rotationsverdampfer (1) gemäß Anspruch 1 oder 2, bei dem die Füllkörper (73) aus Zeolithen, Glas oder Kunststoff gebildet sind.

4. Rotationsverdampfer (1) gemäß einem der Ansprüche 1 bis 3, bei dem die Füllkörper (73) als flache polygonale, vorzugsweise dreieckige oder runde Plättchen oder als Kügelchen gebildet sind und/oder die Oberfläche der Füllkörper unregelmäßig und/oder zerklüftet gebildet ist.

5. Rotationsverdampfer (1) gemäß einem der Ansprüche 1 bis 4, bei dem die Füllhöhe der Füllkörper (73) in der Füllkörperkolonne (7) abhängig von dem zu gewinnenden Destillat, von der gewünschten Aufkonzentrierung und/oder von der Geschwindigkeit des Dampfes gewählt ist.

6. Rotationsverdampfer (1) gemäß einem der Ansprüche 1 bis 5, bei dem die Füllkörperkolonne (7) mit Füllkörpern (73) aus voneinander verschiedenen Materialien und/oder mit voneinander verschiedenen Formen gefüllt ist.

7. Rotationsverdampfer (1) gemäß einem der Ansprüche 1 bis 6, bei dem die Füllkörperkolonne (7) beheizbar ist.

8. Rotationsverdampfer (1) gemäß einem der Ansprüche 1 bis 7, bei dem mehr als eine Füllkörperkolonne (7) in dem Dampfweg zwischen dem Verdampfungskolben (2) und dem Kondensator (8) angeordnet ist.

9. Rotationsverdampfer (1) gemäß Anspruch 8, bei dem

zumindest zwei Füllkörperkolonnen (7) voneinander verschiedene Querschnitte und/oder Längen aufweisen und/oder

bei dem zumindest zwei Füllkörperkolonnen (2) mit Füllkörpern (73) aus voneinander verschiedenen Materialien und/oder mit voneinander verschiedenen Formen und/oder bis zu voneinander verschiedenen Füllhöhen gefüllt sind.

10. Rotationsverdampfer gemäß einem der Ansprüche 1 bis 9, bei dem die Einrichtung zum selektiven Verdampfen des Destillats eine Einrichtung zum Heizen des Verdampfungskolbens, vorzugsweise ein Heizbad (4), oder eine Einrichtung zum Erzeugen eines Unterdrucks in dem Verdampfungskolben ist.

Es folgt eine Seite Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

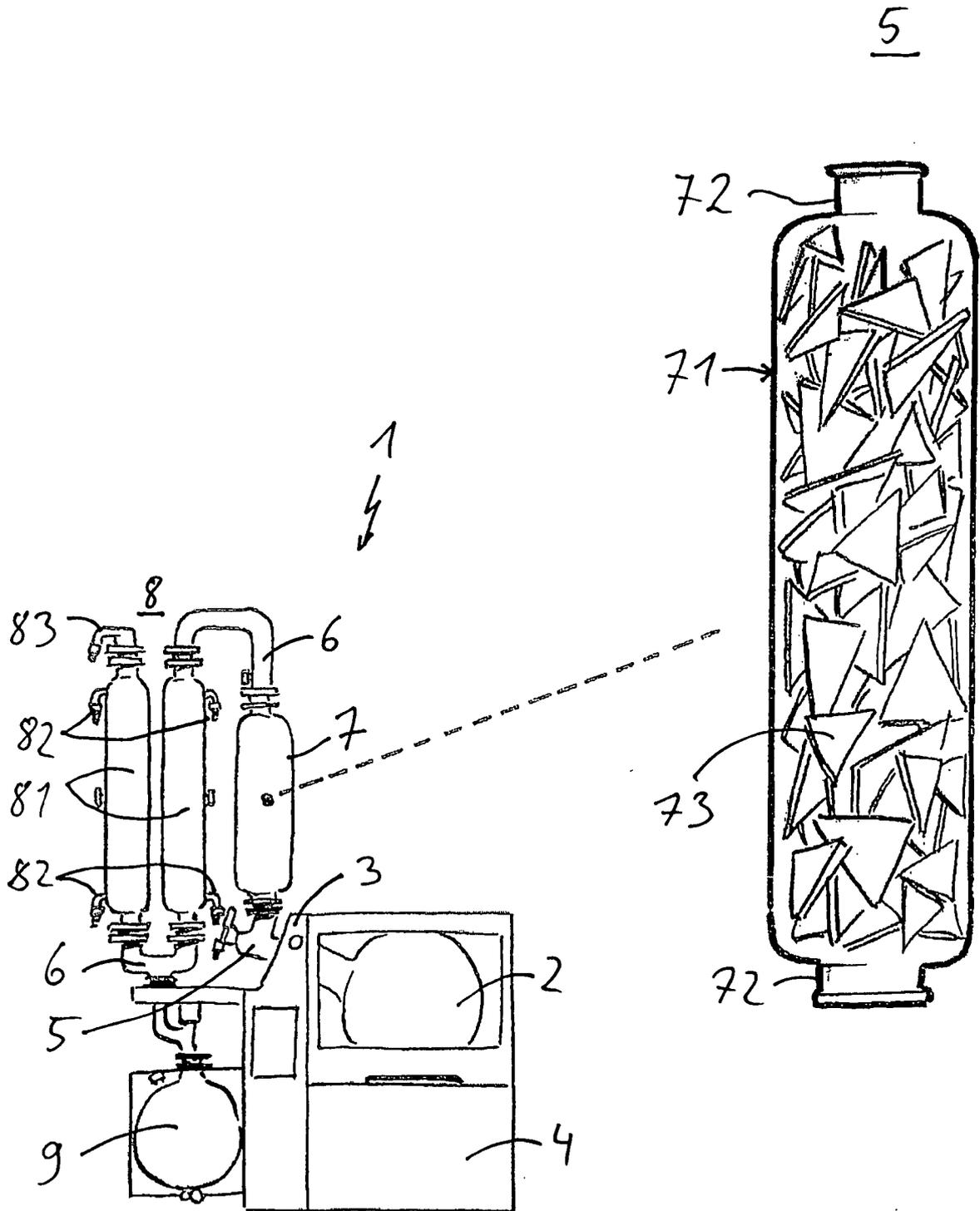


Fig 1a)

Fig 1b)