

Fraktionierung eines Gasmisches durch Absorption in einem Lösungsmittel bei gleichzeitigem Rücklauf der leichter löslichen Gaskomponente*)

II. Graphische Methode zur Bestimmung der Zahl der Böden und der Menge des Gasrücklaufes

Von Prof. G. NATTA und G. F. MATTEI, Mailand

Institut für technische Chemie der Technischen Hochschule und Forschungsstätte für chemische Technologie des Nationalen Forschungsrates

In der ersten Arbeit¹⁾ wurde über das neue Verfahren berichtet, das die kontinuierliche Trennung eines binären Gasmisches in seine zwei Komponenten ermöglicht. Es beruht auf der Anwendung einer Trennsäule, in der von oben ein selektiv lösendes Lösungsmittel herunterrieselt, das beim Eintritt mit dem weniger löslichen Gas gesättigt ist. Im mittleren Teil der Kolonne wird das zu trennende Gasmisch eingeführt, während am untersten Teil der Säule ein Teil des leichter löslichen Gases als Rücklauf eingeführt wird, das durch Entgasen der austretenden Lösung gewonnen wird. Man erreicht so im unteren Teil der Trennsäule eine Anreicherung der leichter löslichen Komponente, während diese beim Aufstieg im oberen Teil der Säule allmählich von der weniger löslichen Komponente verdrängt wird.

In der vorigen Mitteilung war gezeigt worden, daß es möglich ist, die beiden Komponenten einer Gasmischung in reinem Zustande abzutrennen, auch im Falle, daß sie so gut wie gleiche Dampfdrucke besitzen, also wenn sie durch Rektifikation kaum zu trennen sind. Es muß nur ein wenn auch noch so kleiner Unterschied der Löslichkeiten im gemeinsamen Lösungsmittel vorhanden sein. Es wurde ferner eine rechnerische Ableitung entwickelt, die es erlaubt, den kleinsten erforderlichen Rücklauf und die kleinste für eine bestimmte Trennung erforderliche Menge an Lösungsmittel zu berechnen, und zwar sowohl für isotherme als auch für adiabatische Führung des Trennprozesses.

Wir haben nun versucht, wie man für eine bestimmte Trennung die theoretische Zahl der Böden bei einem gegebenen Rücklauf bestimmen kann und wie sich die Zahl der Böden mit der Menge an Rücklauf ändert. Eine größere Zahl von Böden bedingt höhere Baukosten, während ein größerer Rücklauf höhere Betriebskosten zur Folge hat. Es ist daher für jeden einzelnen Fall von technischer Bedeutung, zwischen den zahllosen Möglichkeiten die wirtschaftlichste Lösung zu finden. Diese hängt vom Wirkungsgrad eines Bodens ab oder von der einer Höheneinheit der angewandten Art der Trennsäule theoretisch gleichwertigen Zahl von Böden.

Berechnung der theoretischen Zahl der Böden durch ein analytisch-graphisches Verfahren.

Um die theoretisch erforderliche Zahl der Böden, mit der man einen bestimmten Effekt der Fraktionierung zu erreichen vermag, abzuleiten, ist es notwendig, das Gleichgewichtsdiagramm des ternären Systems A-B-Lösungsmittel zu kennen. Das Gleichgewicht wird zweckmäßigerweise von einer Kurve A, die als Abszisse die Zusammensetzung x der Gasphase hat und als Ordinate $Y = \frac{y'}{y' + y''}$, die die Zusammensetzung der gelösten Phase wiedergibt als Verhältnis der Menge an A zur Menge an Gasen A + B, die in der flüssigen Phase gelöst sind.

Im Falle, daß experimentell bestimmte Daten fehlen, und wenn sich die Löslichkeiten der beiden Gase gegenseitig nicht beeinflussen, kann man annehmen, daß die Kurve theoretisch der Gleichung $Y = \frac{x}{x + \gamma(1-x)}$ folgt, wobei γ gleich β/α (den beiden Löslichkeitskoeffizienten) ist. Y ist nur gleich x bei $x = 0$ und $x = 1$, und in diesen beiden Fällen hat die Tangente der Kurve

$$\frac{dy}{dx} = \frac{\gamma}{[\gamma + (1-y)x]^2}$$

die Werte $1/\gamma$ bzw. γ . Zeichnet man eine solche Kurve gemäß Abb. 1 (Kurve A), so muß man noch die Kurve suchen, deren Tangente gleich V/v ist (die Bezeichnungen entsprechen denen der ersten Arbeit), indem man von solchen Punkten der Diagonale ausgeht, die der gewünschten Endzusammensetzung entsprechen.

Man muß berücksichtigen, daß V/v sich mit x ändert. So z. B. erhält man für die Werte von V/v , die sich aus der Gleichung

$$\frac{V_n}{v_n} = \frac{Y_n - Y_{n+1}}{x_n - x_{n+1}} = \frac{(\gamma - 1)(x_{n+1} - Y_{n+1})}{\gamma + (1 - \gamma)x_n}$$

ergeben, die Kurven B, C, ..., wie sie in Abb. 1 eingetragen sind.

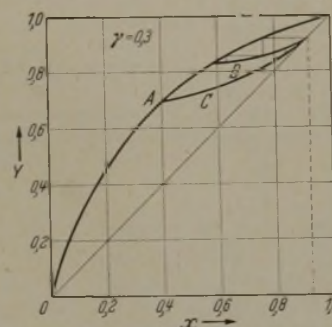


Abb. 1. Gleichgewichtskurve A für $\gamma = 0,3$ und Arbeitskurven B C. Konzentrationen in Molenbrüchen.

Diese Kurven können als Arbeitskurven bezeichnet werden, da sie die theoretische Änderung der Zusammensetzung in jedem Boden zu verfolgen erlauben. Die Entfernungen der Punkte der Gleichgewichtskurve von denen mit gleicher Ordinate der Arbeitskurve geben die theoretisch höchste Anreicherung an, die man in einem Boden erreichen kann.

Ein Diagramm mit Stufen, wie es in Abb. 1 angedeutet ist, erlaubt zwar, die kleinste erforderliche theoretische Zahl an Böden abzuleiten, um einen bestimmten Trenneffekt zu erreichen. Diese Ableitungsart ist aber unbequem, weil sie eine rechnerische Behandlung erfordert und nicht allein auf graphischem Wege durchgeführt werden kann.

Bestimmung des Rücklaufes und der Zahl der Böden auf graphischem Wege.

Wie aus dem vorangehenden Abschnitt hervorgeht, verhindert die Krümmung der Arbeitskurven, die durch das veränderliche Verhältnis von V/v bedingt ist, ein rein graphisches Vorgehen.

Diese Schwierigkeit kann durch folgenden Kunstgriff überwunden werden. Statt in Gewichts- oder Volumanteilen werden die Anteile der beiden Gase als „Löslichkeitsäquivalente“ ausgedrückt. Das Löslichkeitsäquivalent ist der reziproke Wert des Löslichkeitskoeffizienten. Um das Löslichkeitsäquivalent einer Gasmenge zu erhalten, dividiert man diese durch den Löslichkeitskoeffizienten. Da die Löslichkeitskoeffizienten ausgedrückt werden als Grammole oder Volumina eines Gases, gelöst bei bestimmter Temperatur und bestimmtem Druck in der Volumeinheit eines Lösungsmittels, entsprechen auch die Äquivalente Grammolen oder Volumina (Anteile Lösungsmittel auf ein Mol oder Volum Gas. Der Übers.). Im Falle, daß das Gas dem Henryschen Gesetz gehorcht, werden die auf Volumen bezogenen Einheiten unabhängig vom Druck. Wir werden so sowohl die Partialdrucke als auch die Anteile an gelöstem Gas in Äquivalenten ausdrücken.

Zwei Gase sollen z. B. die Löslichkeiten $\alpha = 20$ bzw. $\beta = 10$ Volumina Gas je Volum Flüssigkeit besitzen. Hat man eine Mischung der Gase A und B mit einem Partialdruck von je 0,5, so ergibt

¹⁾ Chim. Ind. 24, 271 [1942]. Mit freundlicher Genehmigung des Autors und des Verlages übersetzt von J. D'Ans.

²⁾ Chem. Apparatur 29, 305, 321 [1942].

sich die in obigen Äquivalenten ausgedrückte Zusammensetzung des Gases für $A = \frac{0,5/20}{0,5/20 + 0,5/10} = 0,333$, für $B = 0,666$.

Benutzte Bezeichnungen:

A = leichter lösliche Gaskomponente.

B = weniger lösliche Gaskomponente.

Alle folgenden Größen sind in Löslichkeitsäquivalenten ausgedrückt.

x = Bruchteil von A im Gas.

1-x = Bruchteil von B im Gas.

y = Konzentration von A in der flüssigen Lösung.

Y = Bruchteil von A vom gesamt gelösten Gemisch in der Lösung.

v = Menge an gelöstem Gas, die in dem Teil der Säule unter dem Boden der Zufuhr fließt.

V = gesamte Gasmenge, die in dem Teil der Säule unter dem Boden der Zufuhr fließt.

\bar{v} = Menge an gelöstem Gas, die über dem Boden der Zufuhr fließt.

\bar{V} = gesamte gelöste Gasmenge, die über dem Boden der Zufuhr fließt.

I = zugeführte Gasmenge.

P_1 = endgültig entnommene Gasmenge am letzten Boden der Säule.

P_2 = endgültig entnommene Gasmenge am obersten Teil der Säule.

x_1 = Bruchteil des Gases A im zugeführten Gasgemisch.

x_{p1} = Bruchteil des Gases A im Gas P_1 .

x_{p2} = Bruchteil des Gases A im Gas P_2 .

r = irgendein Boden im oberen Teil der Trennsäule.

m = irgendein Boden im unteren Teil der Trennsäule.

Nach der schon in der ersten Arbeit angewandten Art der Bezeichnungen sollen die Molenbrüche (oder Volumbrüche) der zwei Gase in der Gasphase mit x_M' und x_M'' bezeichnet werden. Wenn der Gesamtdruck gleich p ist, sind die Partialdrucke p_{x_M}' und p_{x_M}'' . — Im folgenden werden wir $p = 1$ setzen, so daß x' und x'' auch die Partialdrucke der beiden Gase der Gasmischung angeben. Die in der Flüssigkeit gelösten Anteile y_M' und y_M'' sind dementsprechend

$$y_M' = \alpha x_M' \quad \text{und} \quad y_M'' = \beta x_M'' = \beta(1 - x_M')$$

Weiter wird eingesetzt:

$$Y_M' = \frac{y_M'}{y_M' + y_M''} \quad \text{und} \quad Y_M'' = \frac{y_M''}{y_M' + y_M''}$$

Wenn nun alle diese Volum-, Gewichts- oder Molgrößen in Löslichkeitsäquivalenten ausgedrückt werden sollen, so ergibt sich:

$$x_e' = \frac{x_M'}{\alpha x_M' + 1 - x_M'} \quad x_e'' = \frac{x_M''}{\alpha x_M' + \beta x_M''}$$

$$y_e' = \alpha x_e' = x_M' \quad y_e'' = \beta x_e'' = x_M''$$

Der Index e kennzeichnet, daß die Werte auf Löslichkeitsäquivalente bezogen sind, während die Werte ohne Index in Gewichts-, Volumen- usw. Einheiten ausgedrückt sind.

$$Y_e' = \frac{y_e'}{y_e' + y_e''} = x' \quad Y_e'' = \frac{y_e''}{y_e' + y_e''} = x'' = (1 - x')$$

Der Einfachheit halber sollen im folgenden alle Größen in Löslichkeitsäquivalenten ausgedrückt werden, und zwar ohne Index, wenn nicht ausdrücklich anders vermerkt wird. Der Vorteil der Anwendung von Löslichkeitsäquivalenten beruht grundsätzlich darauf, daß bei konstanter Temperatur und konstantem Druck sich die zwei Gase aus der Lösung zahlenmäßig in gleichen Mengen (in Äquivalenten ausgedrückt) verdrängen. Im vorangehend gewählten Fall z. B. verdrängt ein Äquivalent von A ein Äquivalent von B, während in Volumen ausgedrückt 1 Teil von A 2 Teile von B verdrängt. Diese Annahme vereinfacht die Berechnungen einer Trennsäule sehr, wie gleich gezeigt werden wird.

Die Gleichgewichtskurve Gas-Flüssigkeit wird erhalten, indem Y in Abhängigkeit von x ausgedrückt wird und entspricht daher der Gleichung (Abb. 1):

$$Y = \frac{\alpha x}{\alpha x + \beta(1-x)} = \frac{x}{x + \gamma(1-x)} \quad (1)$$

Für einen beliebigen Boden m des unteren Teils der Trennsäule gilt:

$$V_m = V_{m+1} + P_1 \quad (2)$$

$$\text{und} \quad v_m Y_m = v_{m+1} x_{m+1} + P_1 x_{p1} \quad (3)$$

bezogen auf die Gesamtmenge an Gas und auf die Menge des leichter löslichen Anteils. Mit v_m wird die gelöste Gasmenge bezeichnet, die den Boden m verläßt, und mit V_{m+1} die Menge an Dampf, die in den Boden m aus dem Boden m + 1 gelangt; mit Y_m und Y_{m+1} werden die entsprechenden Zusammensetzungen bezeichnet. Eintretende und austretende Menge Lösungsmittel sind gleich und brauchen nicht gesondert berücksichtigt zu werden, unter der Voraussetzung, daß der Dampfdruck des Lösungsmittels gegenüber den Partialdrucken der Gase vernachlässigt werden kann.

Aus Gl. (3) erhält man:

$$Y_m = \frac{V_{m+1}}{v_m} x_{m+1} + \frac{P_1}{v_m} x_{p1} = \frac{V}{V + P_1} x_{m+1} + \frac{P_1}{V + P_1} x_{p1} \quad (4)$$

Die Gleichung ist die einer Geraden, wenn V_{m+1} und v_m Konstante sind. Dies trifft für jeden Teil der Säule zu, wenn man isotherm arbeitet und falls sich die beiden Löslichkeiten nicht gegenseitig beeinflussen (α und β konstant). Dabei müssen alle Größen in Löslichkeitsäquivalenten ausgedrückt sein.

Es ist so eine Beziehung erhalten worden zwischen der Zusammensetzung x_{m+1} des Gases, das von einem beliebigen Boden m + 1 stammt, und der Zusammensetzung Y_m des im unmittelbar

darüberliegenden Boden gelösten Gases. Andererseits ergibt sich aus der Kurve Abb. 2, welche Zusammensetzung x_m dem Gas v_m zukommt, das vom Boden m austritt und mit der flüssigen Phase

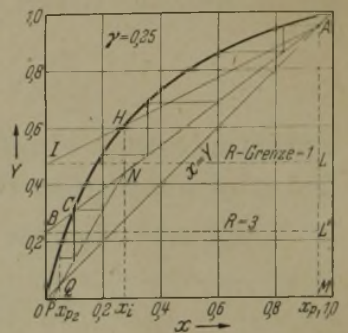


Abb. 2. Gleichgewichtskurve für $\gamma = 0,25$, Arbeitskurven und theoretische Zahl der Böden für $R = 3$, um eine Mischung der Zusammensetzung x_1 in zwei Fraktionen x_{p1} und x_{p2} zu scheiden.

der Zusammensetzung Y_m im Gleichgewicht ist. So ist man in der Lage, die Zahl an Böden zu berechnen, die erforderlich ist, um von einer zu einer anderen Zusammensetzung des Gasgemisches zu gelangen, wenn V , v , P_1 und x_{p1} festgelegt sind.

Als Rücklauf R sei das Verhältnis der Gasmenge V , die in die Säule zurückkehrt, zu der entnommenen Menge P_1 bezeichnet:

$$R = \frac{V}{P_1} \quad (5)$$

Dieses Verhältnis ist auf Grund der gemachten Annahmen in jedem Säuleteil gleich. Kombiniert man Gl. (4) mit Gl. (5), so folgt:

$$Y_m = \frac{R}{R+1} x_{m+1} + \frac{1}{R+1} x_{p1} \quad (6)$$

In dieser wird $x = x_p$, wenn $x = Y$; daher schneidet der Strahl die Diagonale im Punkt A (Abb. 2) mit der Abszisse x_{p1} .

Wird $x = 0$, so folgt $Y = \frac{x_{p1}}{R+1}$, und man erhält auf der

Ordinate einen Punkt B, der erlaubt, den Strahl gemäß Gl. (6) zu ziehen.

Der Schnittpunkt C mit der Gleichgewichtskurve wird durch Eliminieren von Y gefunden, was durch Einführen der Gl. (1) in Gl. (6) erreicht wird. Man erhält:

$$R = \frac{\gamma x_{p1}(1-x) - x(1-x_{p1})}{(x^2 - x)(\gamma - 1)} \quad (7)$$

Wählt man einen bestimmten Wert für x_{p1} und verändert R, so erhält man ein Strahlenbündel, das vom Punkt A, dem Schnittpunkt mit der Diagonale bei x_{p1} , ausgeht.

Es sei ein unendlich großer Rücklauf angenommen, also mit Rückführung der gesamten am Boden entnommenen Gasmenge in den Kreislauf. Das im Boden m in der Flüssigkeit gelöste Gas hat die Zusammensetzung Y_m (Abb. 3). Geht man theoretisch

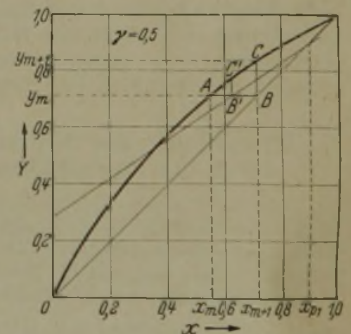


Abb. 3. Anreicherung innerhalb zweier theoretischer Böden für einen Rücklauf gleich unendlich und einen gleich 2.

zum Boden m + 1 über, so verläuft der Vorgang so, als ob v_m von dem aufsteigenden Gasgemisch x_{m+1} verdrängt würde, während sich dieses mit einer gleichen Äquivalentzahl löst. Man hat daher $Y_m = x_{m+1}$ (die aus Gl. (6) für $R = \infty$ folgt). Man geht also in Abb. 3 vom Punkt A zum Punkt B.

Die flüssige Phase im Boden m + 1 hat die Zusammensetzung Y_{m+1} im Gleichgewicht mit einem Gasgemisch der Zusammensetzung x_{m+1} . Man kommt so vom Punkt B zum Punkt C usw. Die waagerechten Strecken entsprechen der Änderung der Zusammensetzung, die zwischen zwei theoretischen Böden eintritt, die senkrechten Strecken entsprechen der Anreicherung, die in dem einen Boden erreicht wird. Die Waagerechte und die Senkrechte gehören zu einem theoretischen Boden.

Es ist klar, daß, wenn nicht die ganze Gasmenge als Rücklauf in die Säule zurückgeführt wird, die Anreicherung nicht mehr der Strecke B...C entsprechen kann. Denn nicht alles gelöste Gas v_m wird vom Gas V_{m+1} ausgetrieben, und deshalb kann nicht $Y_m = x_{m+1}$ sein, sondern es wird $Y_m > x_{m+1}$ bleiben, man kommt so vom Punkt A zum Punkt B' und von B' zu C', wobei eine Anreicherung $\overline{B'C'} < \overline{BC}$ erhalten wird.

Die Punkte, die den anteiligen Anreicherungen entsprechen, die man mit einem beschränkten Rückfluß erreichen kann, liegen auf den Strahlen nach Gl. (6). Um einen bestimmten Trennungsgrad zu erreichen, verläuft der Strahl der Trennarbeit so, daß er die Gleichgewichtskurve in Punkten mit kleineren Ordinaten als die des Punktes x_i schneidet. Setzt man in Gl. (7) $x = x_i$, so erhält man den kleinsten rechnerisch sich ergebenden Wert für den Rücklauf. Graphisch hat man so vorzugehen, daß man durch x_{p1} und x_i (Abb. 2) eine Gerade A...H zieht, welche die Ordinate Y im Punkt I schneidet. Aus Gl. (6) ergibt sich $\overline{OI} = \frac{x_{p1}}{R+1}$, und es folgt hieraus:

$$R = \frac{x_{p1} - \overline{OI}}{\overline{OI}} = \frac{\overline{LA}}{\overline{OI}} = \frac{\overline{LA}}{\overline{ML}}$$

Man braucht also nur die Länge der Strecken \overline{LA} und \overline{LM} zu messen, und aus ihrem Verhältnis ergibt sich der Wert für den Rückfluß entsprechend einem bestimmten Strahl, der den Arbeitsverlauf wiedergibt. In unserem Falle erhält man den kleinsten Rücklauf. Jedem Strahl, der zwischen diesem und der Diagonale liegt, entspricht mit steigendem R eine abnehmende Zahl von Böden.

Erschöpfungsteil der Säule.

Von dem Gas V, das oben austritt, wird ein Teil $V - P_2$ angewandt, um das Lösungsmittel zu sättigen, das in die Trennsäule einfließt. Die Menge V des aufsteigenden Gases ist:

$$V = V + I \quad (8)$$

während die gelöst absteigende Menge

$$v = v = V - P_2 \quad (9)$$

ist; es folgt aus dieser

$$v = V + I - P_2 \quad (10)$$

die der Gesamtbilanz entspricht. Eine Bilanz für die leichter lösliche Komponente ergibt:

$$Y_r V = x_{r+1}(V + I) - P_2 x_{p2}$$

Aus dieser und Gl. (10) erhält man die Gleichung für den Strahl des Trennvorganges

$$Y_r = \frac{V + I}{V + I - P_2} x_{r+1} - \frac{P_2}{V + I - P_2} x_{p2} \quad (11)$$

Die aus der Säule entnommenen Mengen P_1 und P_2 müssen den zugeführten entsprechen, demnach ist $I = P_1 + P_2$, was in Gl. (11) eingeführt ergibt:

$$Y_r = \frac{V + I}{V + P_1} x_{r+1} - \frac{I - P_1}{V + P_1} x_{p2} \quad (12)$$

Es sei nun angenommen, daß die beiden Strahlen sich bei $x_{m+1} = x_{e+1} = x_i$ treffen. Es muß nach Gl. (4) und (12)

$$\frac{V}{V + P_1} x_i + \frac{P_1}{V + P_1} x_{p1} = \frac{V + I}{V + P_1} x_i - \frac{I - P_1}{V + P_1} x_{p2}$$

sein und demzufolge

$$P_1 = I \frac{x_i - x_{p2}}{x_{p1} - x_{p2}} \quad (13)$$

die in Gl. (12) eingeführt ergibt:

$$Y_r = \frac{V + I}{V + I \frac{x_i - x_{p2}}{x_{p1} - x_{p2}} + P_1} x_{r+1} - \frac{I \left(1 - \frac{x_i - x_{p2}}{x_{p1} - x_{p2}}\right)}{V + I \frac{x_i - x_{p2}}{x_{p1} - x_{p2}} + P_1} x_{p2} \quad (14)$$

in der die Anreicherung in Abhängigkeit vom Gasrücklauf von der ursprünglichen Menge und der Zusammensetzung des zugeführten Gases und der der Produkte P_1 und P_2 gegeben ist.

Aus Gl. (14) und Gl. (5) erhält man:

$$Y_r = \frac{\left(\frac{R}{x_{p1} - x_{p2}} + 1\right)}{\frac{x_i - x_{p2}}{x_{p1} - x_{p2}} (R + 1)} x_{r+1} - \frac{\left(1 - \frac{x_i - x_{p2}}{x_{p1} - x_{p2}}\right)}{\frac{x_i - x_{p2}}{x_{p1} - x_{p2}} (R + 1)} x_{p2} \quad (15)$$

Der Schnittpunkt Q dieses Strahles mit der Diagonalen ($x=y$) führt zu $x = x_{p2}$ und entspricht also dem Schnittpunkt der Diagonale und der Ordinate, errichtet in x_{p2} . Setzt man $y = 0$, so erhält man den Schnittpunkt P mit der Abszisse

$$\overline{OP} = \frac{\left(1 - \frac{x_i - x_{p2}}{x_{p1} - x_{p2}}\right)}{\left(\frac{R}{x_{p1} - x_{p2}} + 1\right)} \quad (16)$$

Man hat so die Möglichkeit, den Strahl entsprechend Gl. (15) zu ziehen, durch Verbinden der Punkte N und Q (Abb. 2), die durch Gl. (6) und durch x_{p2} festgelegt sind.

Um die Zahl der Böden zu erhalten, genügt es, ausgehend vom Punkt A bis zu Q zu gehen, indem man stufenweise zwischen der Gleichgewichtskurve und A...N und N...Q fortschreitet. Um die beste Ausbeute der Säule zu erzielen, muß

die Einführung des Gases offenbar dort erfolgen, wo in der Säule die Zusammensetzung der Gasphase im Beharrungszustand gleich der Zusammensetzung des eingeführten Gases ist.

Im Falle, daß die Gase A und B in reinem Zustande entnommen werden ($x_{p1} = 1, x_{p2} = 0$), werden Gl. (6) und (15) zu:

$$Y_m = \frac{R}{R+1} x_{m+1} + \frac{1}{R+1} \quad (17)$$

bzw.

$$Y_r = \frac{R + \frac{1}{x_i}}{R + 1} x_{r+1} \quad (18)$$

In Gl. (17) für $x_{m+1} = 1$ eingesetzt, folgt $Y_m = 1$ und in Gl. (18) für $x_{r+1} = 0$ eingesetzt, wird $Y_r = 0$. Die zwei Strahlen, die den Trennvorgang anzeigen, gehen durch den Ursprungspunkt und den Punkt x mit $y = 1,1$, wie es auch sein muß.

In Abb. 4 ist die Abhängigkeit der Zahl der Böden vom Betrage des Rücklaufes eingetragen. Aus der Kurve ist zu ersehen, daß eine Vermehrung des Rücklaufes über eine gewisse Grenze hinaus nur noch unbedeutende Vorteile bringt, ebenso wie auch eine sehr große Zahl von Böden, die erforderliche Menge des Rücklaufes nur noch wenig heruntersetzt. Im Falle, der in Abb. 4 wiedergegeben ist, bringt eine Bodenzahl über 18

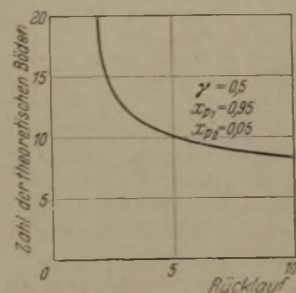


Abb. 4. Zahl der theoretischen Böden in Abhängigkeit vom erforderlichen Rückfluß, um aus einer Mischung von je 50 Mol.-% beide Komponenten mit einem Reinheitsgrad von 95 % abzuscheiden unter Anwendung eines Lösungsmittels mit $\gamma = 0,5$.

kaum noch merkliche Vorteile, andererseits ist eine Vermehrung des Rücklaufes über Werte von 3 bis 4 mit einer so kleinen Verminderung der Bodenzahl verknüpft, daß jene wirtschaftlich nicht mehr vorteilhaft ist. In diesem Fall würde man am besten eine Säule mit 18 theoretischen Böden wählen mit einem Rücklauf 2, oder 12,5 theoretische Böden mit einem Rücklauf 3. Eine Erhöhung des Rücklaufes auf 5, der eine wesentliche Vergrößerung des Durchmessers der Säule verlangen würde, ermöglicht es, die Bodenzahl nur noch um 2,5 theoretische Böden zu vermindern.

Verhältnis zwischen theoretischen und gleichwertigen praktischen Böden.

Für die Dimensionierung einer Trennsäule ist es erforderlich, die Zahl der praktischen Böden, die einem theoretischen Boden entsprechen, oder das gleichwertige Höhenverhältnis für Trennsäulen, die z. B. mit Raschig-Ringen gefüllt sind, zu kennen.

Da die Gleichgewichtseinstellung zwischen einem Gas und seiner Lösung offenbar viel langsamer verläuft als die bei der Kondensation von Dämpfen mit ihrer Flüssigkeit bei Kochtemperatur, so sind im ersten Fall die Gleichwertzahlen sehr viel größer.

Bei der Fraktionierung mit Hilfe von Lösungsmitteln hat man meist mit nicht allzu hohen Löslichkeiten zu tun, größenordnungsmäßig von einigen zehn Volumina Gas auf ein Volum Flüssigkeit, während in einer Destillationskolonne das Verhältnis zwischen aufsteigendem Gasvolumen zum Volumen der herabrieselnden Flüssigkeit größenordnungsmäßig mehrere hundert beträgt. Daraus folgt, daß bei der Rektifikation durch Destillation Bodenkolonnen vorzuziehen sind, während bei der Fraktionierung mit einem Lösungsmittel Trennsäulen mit Füllkörpern wie Raschig-Ringen vorteilhafter sind. Die Benetzung der Füllkörper ist durch die verhältnismäßig große Menge an Flüssigkeit gesichert, die über sie fließt. Ferner ist eine Säule mit Füllkörpern vorteilhaft hinsichtlich der Betriebskosten, da der Druckunterschied zwischen Basis und Kopf der Säule sehr viel kleiner ist als bei Säulen mit Glockenböden.

Wir haben viele praktische Versuche zur Trennung verschiedener gasförmiger Kohlenwasserstoffe mit gleicher Kohlenstoff-Zahl gemacht, u. zw. mit Lösungsmitteln, für welche die benutzten Gase γ -Werte zwischen 1,5 und 3 hatten. Aus diesen und zahlreichen Laboratoriumsversuchen, an denen auch Dr. Boeri und Ing. Tetaz beteiligt waren und die bei 12—15°

mit Säulen, die mit Raschig-Ringen von 6 mm Durchmesser gefüllt waren und mit Gasgeschwindigkeiten von 10 cm/s durchgeführt worden sind, folgt aus verschiedenen Fällen, daß ein theoretischer Boden einer Säulenhöhe von 60—80 cm gleichwertig ist.

Bei Betriebsversuchen mit Raschig-Ringen von 15—25 mm Durchmesser und einer Gasgeschwindigkeit von 10—20 cm/s entspricht einem theoretischen Boden eine Säulenhöhe von ungefähr 120 cm.

Die Säulenhöhe, die einem theoretischen Boden gleichwertig ist, ändert sich natürlich nicht nur mit der Temperatur, mit der Gasgeschwindigkeit und mit der Gestalt und Größe der Füllkörper, sondern auch mit der Art und insbes. mit der Viskosität des Lösungsmittels. Bevor man also die Größe einer Trennsäule festlegt, wird es jedenfalls zweckmäßig sein, durch Versuche im Laboratorium die einem theoretischen Boden gleichwertige Höhe festzustellen, wobei bei der Berechnung

der technischen Trennsäule noch der Einfluß der Verschiedenheiten der Form und Größe der Füllkörper zu berücksichtigen wäre.

Das beschriebene Trennverfahren wurde technisch mit Erfolg z. B. zur Trennung von gasförmigen Kohlenwasserstoffen gleicher Kohlenstoff-Zahl, deren Siedepunkte sich kaum um 1° voneinander unterscheiden, durchgeführt, ein Fall, der mit den üblichen Rektifikationsmethoden nicht zu bewältigen gewesen wäre. Es ist vorauszusehen, daß die Anwendung dieses Verfahrens sich in vielen anderen Fällen nützlich erweisen wird, nicht allein in jenen, bei denen wegen eines kleinen γ ein fraktioniertes Herauslösen mittels Lösungsmittel unwirksam ist.

Auch in Fällen mit sehr hohen γ -Werten, bei denen schon eine Absorptionskolonne eine gute Trennung erlaubt, würde die Anwendung des Gasrücklaufes am unteren Ende der Säule die Reinheit der erhaltenen Produkte wesentlich erhöhen.

Eingeg. 17. Juli 1943. [30.]

Die Bestimmung der Aromadurchlässigkeit von Verpackungsmaterialien

Von Dr. FRIEDRICH KIERMEIER

Mitteilung aus dem Institut für Lebensmittelorschung, München (Direktor: Dozent Dr.-Ing. habil. R. Heiss)

Für die Qualität von Lebensmitteln ist es unerlässlich, daß ihr Aroma erhalten bleibt, u. zw. aus zwei Gründen: einmal leiden nicht nur die Lebensmittel selber durch Aromaverluste, sondern darüber hinaus auch andere, in der Nachbarschaft gelagerte Lebensmittel, die fremde Gerüche annehmen können. Dem läßt sich vorbeugen durch aromadichte Verpackung, die gleichzeitig eine bessere Ausnutzung der Lager Räume gestattet, da dann die verschiedensten Lebensmittel zusammen gelagert werden können. Die besten Ergebnisse liefern hier zweifellos Metallbehälter; heute geht man aus Gründen der Rohstoffersparnis zu nichtmetallischen Packstoffen über. Auch wird von der Industrie immer wieder betont, daß ihre Arbeit wesentlich erleichtert würde, wenn sie eine objektive Prüfmethode zur Kontrolle ihrer Produkte hätte.

Um diese fehlende Untersuchungsmethode zu schaffen, war es natürlich nicht möglich, die Aromadurchlässigkeit des Packmaterials für sämtliche Komponenten eines charakteristischen Geruchs eines Lebensmittels zu prüfen. Man mußte sich vielmehr für einige typische Stoffe entscheiden, und bei den hierfür angestellten Versuchen haben sich Essigsäureäthylester und Trimethylamin besonders bewährt, günstig war auch Naphthalin, für weitere Versuche wandten wir Limonen an.

Essigester wurde gewählt, weil er in Früchten einer der häufigsten Ester ist; er kann auch als Typ aliphatischer Stoffe gelten, die leicht oxydimetrisch zu bestimmen sind (wie Äther, Alkohole oder Ketone). Es ist ohne weiteres möglich, diese in Mengen von 0,001—0,002 mg hinreichend genau zu ermitteln. Beim Trimethylamin wird die wichtigste Komponente des Fischgeruchs erfaßt und damit auch das Verhalten aller Amine gegenüber der Verpackung klar gestellt. Ferner ist das Amin ein Vertreter einer Reihe von anderen Verbindungen, die sich acidimetrisch bzw. alkalimetrisch bestimmen lassen, wie zahlreiche Säuren, insbesondere die mittleren Fettsäuren. Naphthalin gilt uns als Vertreter von festen Stoffen, die bei normaler Temperatur merklich sublimieren. Limonen diente als Typ eines Stoffes, der sich nicht in Wasser löst und nicht in größeren Mengen verdampft.

Um den natürlichen Verhältnissen Rechnung zu tragen, wurden die Aromastoffe nur in sehr kleinen Mengen verwandt; überdies greifen sie in größeren Konzentrationen nicht selten das Verpackungsmaterial an.

Die Durchlässigkeit der Verpackung läßt sich nun auf zwei Wegen ermitteln: entweder man bestimmt den innerhalb der Verpackung gebliebenen Aromastoff (Restmethode) oder den Anteil, der durch die Verpackung hindurchgegangen ist (Absorptionsmethode).

Im allg. wurde die Restmethode als die einfachere angewandt, da man dafür keine besondere Auffangapparatur für den verflüchtigten Aromastoff braucht. Der Aromastoff kann ähnlich wie das Lebensmittel verpackt und den natürlichen Bedingungen ausgesetzt werden. Will man dagegen den durchgegangenen Anteil erfassen, muß man in geschlossenen

Gefäßen arbeiten, damit Störungen von außen vermieden werden und nichts verlorengeht.

Zur Durchführung der Bestimmung wird die gewünschte Menge Aromastoff in ein Petri-Schälchen gegeben, u. zw. zweckmäßig durch Druckpipettierung¹⁾. Dabei wird, ähnlich wie bei einer Spritzflasche, durch Druck (Mund oder Gebläse) die Aromaflüssigkeit in die Meßpipette bis gerade zur Marke hochgedrückt. Nach der Entnahme werden Pipette und Druckrohr durch Gummihütchen verschlossen, so daß die Aroma-Standard-Lösung mehrere Tage für viele Analysen verwendet werden kann. Das Petri-Schälchen wird dann in einen Metallbehälter gesetzt, eine Scheibe des Verpackungstoffes (83 mm Dmr.) mittels Pelikanol sorgfältig aufgeklebt, ein Metallring zum Schutz aufgelegt und der Behälter mit einem ausgeschnittenen Deckel zugeschraubt. Alles muß möglichst schnell gehen, damit nicht nennenswerte Mengen des Aromastoffes inzwischen entweichen. Der Behälter bleibt, je nach der Durchlässigkeit des Verpackungstoffes, einige Stunden oder Tage stehen; dann wird er geöffnet, der Aromastoff in ein kleines Meßkölbchen überführt, mit Wasser aufgefüllt und der Gehalt in dieser Verdünnung bestimmt.

Die Metallgefäße bestanden aus Al-Guß, innen 70 mm Dmr., außen 83 mm Dmr., 25 mm Höhe. Da der Luftraum innerhalb des Gefäßes nach kurzer Zeit bereits mit dem Aromastoff

Tabelle 1. Durchlässigkeit verschiedener Verpackungstoffe für verschiedene Aromastoffe.

Kontroll-Nr. des Papiers	Beschaffenheit und Zusammensetzung des Verpackungsmaterials	Durchlässigkeit in mg/dm ² Tag			
		Wasserdampf ^{***}	Essigsäureäthylester	Trimethylamin	Naphthalin
1a	Zellglas, beiderseitig lackiert ..	290	13—17	1,0—1,5	0—0,16
2	Zellglas, beiderseitig lackiert ..	60—140	16	0,28—0,67	0,78 ^{**}
4a	Gelimes und gehärtetes Papier	17000	52—67	2,0—3,4	1,6
5	Gelimes und gehärtetes Papier	14000	1100	194—270	58
9a	Nichtlackiertes Zellglas	15000	48	1,6—2,6	—
10d	Einseitig lackiertes Zellglas ..	5500	8,9	0,5—1,4	—
13	Zweiseitig lackiertes Zellglas, extra weich	110	(11) ^{**}	0,37—0,53	0,57
14a	Gelimes und gehärtetes Papier	14000	18	0,26—0,76	0,46
16	Einfaches Cellulose-Papier	18000	850	59—117	25 (16) ^{**}
21	Weißer Karton, außen lackiert	—	—	0,86—1,12	—
25	Wachspapier, extra dicht	40—315	4—12	0,15—0,45	0—0,46 (0,84) ^{**}
26	Holzkarton mit Oppanol und Aluminium-Schliff	—	—	4,5—8,5	—
28	Gewachstes Pergament	280—5000	16	0,66—0,86	0—0,74
28c	Sehr weiches Pergament	—	—	3,1—3,4	—
29	Acetylcellulose	3400	8,9—10	0,57—0,99	—
36	Wachspapier	300—3500	9,8	0,34—0,81	0—1,1

^{*}) Titrimetrische Bestimmung. ^{**}) Wert unsicher. ^{***}) Nach Wolodkevitch²⁾.

gesättigt ist, ist schon ein Verlust an Aroma festzustellen, selbst wenn noch nichts durch die Verpackung hindurchgegangen ist. Deshalb ist für jede Bestimmung eine analog durchgeführte Kontrollbestimmung notwendig, bei der die Verpackungsfolie durch eine undurchlässige Metallscheibe ersetzt ist.

¹⁾ Nach J. Großfeld: Handb. d. Eierkunde, Berlin 1938, S. 345.
²⁾ Vgl. G. Knaß, Verpackung 15, Heft 21/22, S. 1 [1940].

Die Versuche wurden bei 20° angestellt, können aber auch bei höheren Temperaturen ausgeführt werden. Unter 0° sind jedoch die Fehlermöglichkeiten beim Auftauen so groß, daß alle Bemühungen um Genauigkeit scheiterten.

Abb. 1—4 zeigen die **Ergebnisse** der Durchlässigkeitsprüfung für verschiedene Verpackungstoffe. In der Tabelle sind außerdem die Werte weiterer in Frage kommender Ver-

flüchtigung des Wassers so beträchtlich sein, daß mehr als die Hälfte der vorgelegten Menge verschwindet. Es können auf diese Weise Fehler von 50% und mehr entstehen, denen man durch Wiederauffüllen begegnen muß.

Die Bestimmung der Durchlässigkeit mit Limonen führte zu keinen zufriedenstellenden Ergebnissen. Die Restmethode wurde deshalb hierfür verlassen und die zweite

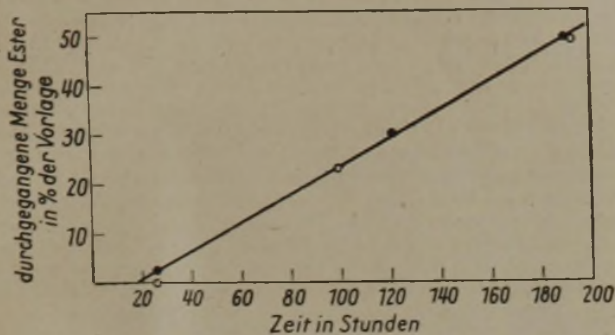


Abb. 1. Die Durchlässigkeit eines guten aromatischen Papiers (mit Wachsauflage) für Essigsäureäthylester.

○ 1. Versuch. ● 2. Versuch.

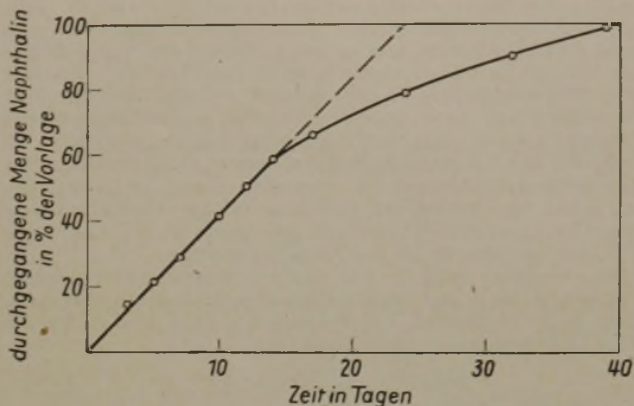


Abb. 4. Die Durchlässigkeit eines Papiers für Naphthalin (Nr. 16).

packungstoffe angegeben. Danach ergibt Essigester rd. 25mal so hohe Werte wie Trimethylamin und Naphthalin, so daß die Versuchszeiten auch bei guten Verpackungstoffen nicht über 8 Tage zu gehen brauchen. Da es im übrigen

Methode angewandt, d. h. das verflüchtigte Limonen mittels konz. H_2SO_4 absorbiert und seine Menge darin bestimmt (Abb. 5). Auf die gleiche Weise können auch sonstige Geruchsstoffe bestimmt werden, die den Verpackungstoffen u. U.

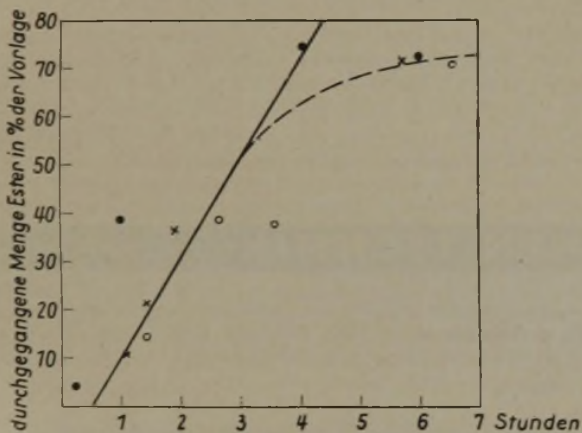


Abb. 2. Die Durchlässigkeit eines nicht aromatischen Papiers für Essigsäureäthylester.

○ 1. Versuch. × 2. Versuch. ● 3. Versuch.

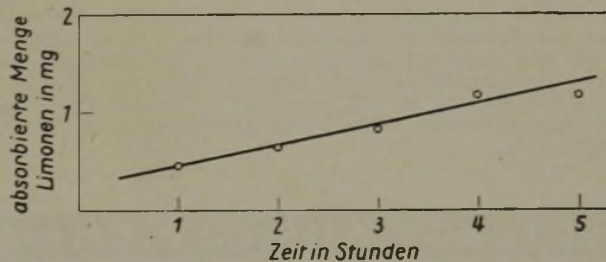


Abb. 5. Von konz. Schwefelsäure absorbierte Menge Limonen in Milligramm.

gleichgültig zu sein scheint, welcher der drei Stoffe für die Bestimmung der Durchlässigkeit verwendet wird, wird man dem Essigester schon aus diesem Grunde den Vorzug geben. Ob diese unerwartete Übereinstimmung auch für andere Aromastoffe gilt, sollen weitere Untersuchungen zeigen.

noch anhaften und von Lösungsmitteln oder Lack herrühren. Daß auch diese Methode brauchbare Werte liefert, zeigten Versuche, bei denen die aus dem Aromagefäß verschwundene Menge Essigester mit der durch Absorption wiedergefundenen praktisch übereinstimmte (Abb. 6). Außer Schwefelsäure

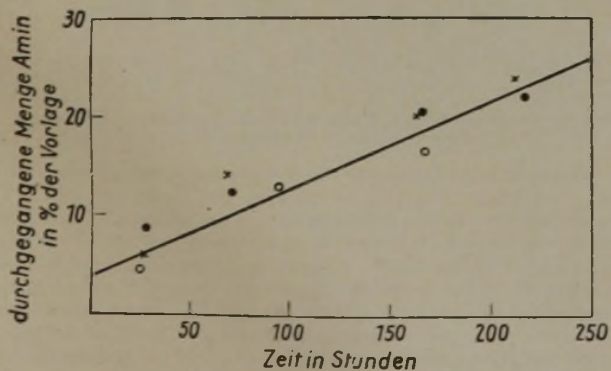


Abb. 3. Die Durchlässigkeit eines guten aromatischen Papiers für Trimethylamin (Papier 10).

○ 1. Versuch. × 2. Versuch. ● 3. Versuch.

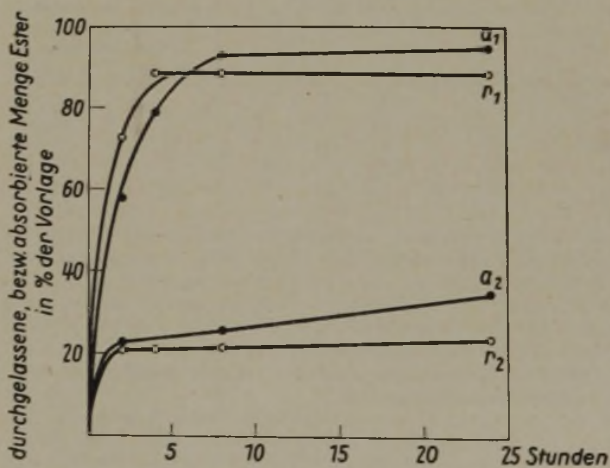


Abb. 6. Vergleich zwischen Rest- und Absorptionsbestimmung.

a_1 : Absorptionsbestimmung ohne Papierzwischenwand.
 r_1 : Restbestimmung ohne Papierzwischenwand.
 a_2 : Absorptionsbestimmung mit Papier 25 als Zwischenwand.
 r_2 : Restbestimmung mit Papier 25 als Zwischenwand.

Im Gegensatz hierzu läuft die Durchlässigkeit für Wasserdampf nicht parallel. Bei sehr geringen Aromaverlusten ist i. allg. auch der Wasserverlust sehr gering; jedoch kann die

lassen sich auch andere Absorptionsmittel wie Al_2O_3 od. dgl. verwenden, die absorbierten Stoffe müssen vor der Bestimmung jedoch erst extrahiert werden.

Versuchsteil.

1. Restmethode.

Essigester. Die Versuchslösung enthielt 500 mg Essigester in 100 cm³ doppelt dest. Wasser, davon wurden 20 cm³ für den Verbrauch abpipettiert. Bei schnellem Arbeiten beträgt der Fehler bei der Einwaage wasserlöslicher Aromastoffe höchstens 0,5%. Nach der Stehzeit wird die Lösung aus der Aromavorlage vorsichtig und langsam in ein 50 cm³-Meßkölbchen überführt und mit Wasser aufgefüllt. Für die Oxydation werden vorsichtig 5 cm³ in einen 300 cm³-Erlenmeyer-Kolben mit gut eingeschlifffenen Stopfen (Jodzahl-Kolben) gegeben, in dem kurz vorher 10 cm³ $\frac{n}{10}$ K₂Cr₂O₇-Lösung mit 30 cm³ konz. Schwefelsäure (zur Analyse) gemischt wurden. Dann schließt man den Stopfen, schüttelt gut um, läßt 15 min stehen (auf festen Sitz des Stopfens achten!) und bringt die Lösung in einen 1000 cm³-Erlenmeyer-Kolben, fügt 300 cm³ H₂O und 100 mg KJ hinzu und titriert mit $\frac{n}{10}$ Natriumthiosulfat auf Gelb-grün zurück. Hierauf setzt man 5 cm³ 1%ige Stärkelösung hinzu und titriert auf Hellblau. Ist die Reaktionslösung während der Oxydation dunkelgrün geworden, so liegt zu wenig K₂Cr₂O₇ vor, und die Oxydation ist neu anzusetzen.

Die Oxydation muß in einem Raum durchgeführt werden, der frei von Aroma- und anderen leicht flüchtigen oxydierbaren Substanzen (z. B. Alkohol, Äther) ist und in dem möglichst keine anderen Untersuchungen gemacht werden.

Berechnungsbeispiel:

Reaktionszeit: 99 h.	
Aromavorlage im Prüfgefäß 92,6 mg in 20,0 cm ³	
Aufgefüllt auf	50,0 cm ³
Für die Oxydation verwendet	5,0 cm ³
Vorlage an $\frac{n}{10}$ K ₂ Cr ₂ O ₇ × Faktor	10,03 cm ³
Rücktitration mit $\frac{n}{10}$ Na ₂ S ₂ O ₃	6,80 cm ³
Verbrauch für 5 cm ³ Vorlage	3,23 cm ³

1 cm³ entspricht 2,20 mg Essigester. In der gesamten Vorlage wurden also 32,3 · 2,20 = 71,1 mg Ester wiedergefunden. Verflüchtigt hatten sich demnach 20,9 mg, d. h. 22,7% der vorgelegten Menge. Hiervon muß dann noch die Menge des Kontrollversuchs mit Metallscheibe abgezogen werden. Abb. 1 zeigt die Ergebnisse von Versuchen mit Papier 28 über verschiedene Zeiten. 50% der vorgelegten Menge sind danach in 176 h (194—18, vergl. Kurve) verflüchtigt, d. h. 6,28 mg in 24 h. Da die Prüffläche 38,5 cm² betrug, errechnet sich die Durchlässigkeit des Papiers zu 16,3 mg/Tag. dm².

Ebenso wurden die anderen Werte ermittelt, die Tab. 1 wiedergibt.

Trimethylamin. 20 cm³ einer etwa $\frac{n}{100}$ Lösung (CH₃)₃N werden in das Versuchsgefäß gegeben. Nach der Stehzeit wird der Aromastoff mit 20 cm³ H₂O in ein 100 cm³-Erlenmeyer-Kölbchen gespült und mit $\frac{n}{100}$ HCl titriert (Methylrot).

Naphthalin. Zur Naphthalin-Bestimmung wurde die Methode von Wolodkewitsch²⁾ für Wasserdurchlässigkeit auf feste Substanzen übertragen. Wolodkewitsch läßt Filterpapier od. dgl. voll Wasser saugen, wägt, schließt es zwischen 2 runden Scheiben ein und stellt von Zeit zu Zeit den Gewichtsverlust fest. Unsere Naphthalin-Einwaagen liegen zwischen 60 und 140 mg. Störend bei dieser recht einfachen Methode sind die längeren Versuchszeiten (bei guten Papieren 30 Tage); doch dauert ein Versuchsansatz nur 10—15 min, und eine Hilfskraft kann täglich leicht 25 Ansätze neu ansetzen und hunderte betreuen (bei 14tägiger Beobachtungszeit). Zur Kontrolle sind gleichzeitig Versuche ohne Naphthalin anzusetzen, da das Papier in nichtklimatisierten Räumen durch atmosphärische Wasseraufnahme oder -abgabe sein Gewicht ändert. Vergleichsbestimmungen mit der ursprünglichen Methode ergaben Werte befriedigender Übereinstimmung. Das Naphthalin wurde hierbei titrimetrisch nach Fällung als Naphthylpikrat nach der Methode von F. W. Küster³⁾ erfaßt.

2. Absorptionsmethode.

Man gibt 1 g Limonen in die Aromavorlage, verschließt wie üblich mit dem Verpackungsmaterial und stellt es in ein 1000 cm³-Einmachglas, in das auf ein kleines Gestell ein Kristallisierschälchen mit 10 cm³ konz. H₂SO₄ gesetzt wird. Das Einmachglas wird dann mit Deckel, Gummiring und Bügel verschlossen. Nach der Stehzeit wird die Schwefelsäure in den Erlenmeyer mit Glasstopfen (s. Restmethode) umgegossen und das Schälchen 2mal mit je 5 cm³ konz. H₂SO₄ nachgewaschen. Man überschichtet vorsichtig mit 10 cm³ $\frac{n}{10}$ K₂Cr₂O₇-Lösung. Weitere Behandlung wie bei der Restmethode.

Ist die „verkohende“ Wirkung der Schwefelsäure zu groß, so kann man auch mit geringeren Säurekonzentrationen arbeiten; doch sinkt dann die Menge des in gleicher Zeit absorbierten Aromastoffes, von Limonen z. B. bei 90%iger H₂SO₄ auf 65%, bei 80%iger Säure auf 25%.

Eingeg. 20. November 1942. [23.]

³⁾ F. W. Küster, Ber. dtsch. chem. Ges. 27, 1101 [1894].

BERICHTE AUS DER CHEMISCHEN TECHNIK

UMSCHAU

Das Silicarbon-Verfahren zur Rückgewinnung von Benzin, Benzol, Essigäther usw.¹⁾ verbindet die bekannte hohe Feuer- und Explosions-Sicherheit des Silicagel-Verfahrens mit der besonderen Eignung des Aktiv-Kohle-Verfahrens zur Wiedergewinnung von Kohlenwasserstoffen. Silicarbon ist demgemäß eine Kombination von aktiver Kohle mit Silicagel. Das Verfahren arbeitet nach dem Grundsatz der Adsorption und eignet

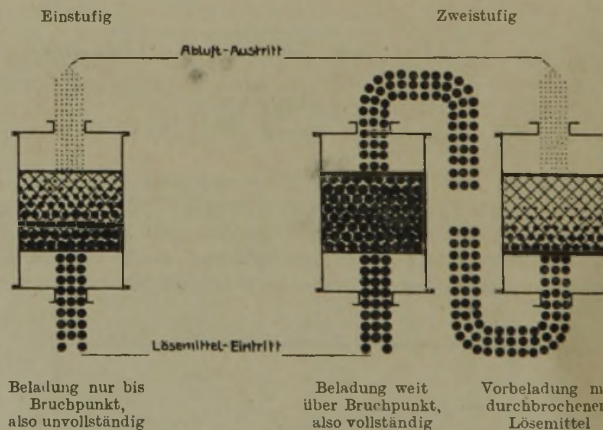
Explosionsgrenzen.

	Untere Explosionsgrenze		Kondensations-temperatur °C	Obere Explosionsgrenze	
	Vol.-%	g/m ³		Vol.-%	g/m ³
Benzol (100%)	2,65	92	- 5	6,5	238
Methylalkohol	5,5	73	+ 5	21	280
Äthylalkohol	3,95	81	+ 15	13,6	280
Aceton	2,5	60	- 28	9	218
Äthyläther	2,75	89	- 50	7,7	253
Äthylacetat	2,25	82	- 7	11	403

sich für die Wiedergewinnung aller technischen Lösemittel auch aus stark verdünnten Lösemittel-Luft-Gemischen. Charakteristisch für das Verfahren ist die automatische Steuerung, die den Wechsel zwischen Beladung und Entladung bzw. Regeneration automatisch einleitet und zeitlich kontrolliert. Die Steuerung arbeitet je nach vorliegenden Verhältnissen hydraulisch, pneumatisch oder elektrisch. Die Umschalt-Organen sind zu einigen wenigen Kombinations-Ventilen zusammengefaßt.

Die automatische Steuerung gestattet ohne besondere Ansprüche an die Eignung und Aufmerksamkeit des Bedienungs-Personals den Wechsel zwischen einstufiger und zweistufiger Beladung und gibt dadurch die Möglichkeit zur Verwendung von Lösemittel-Konzentrationsmessern als Impulsgebern für die Steuerung. Der Konzentrationsmesser ist zwischen der 1. und 2. Adsorptionsstufe angeordnet und auf einen relativ hohen Lösemittel-Durchbruchwert eingestellt, der die restlose Beladung des Absorbers der ersten Stufe anzeigt. Ohne daß bei der nachgeschalteten zweiten Adsorptionsstufe Lösemittel-Verluste auftreten können, ist somit die völlige Ausnutzung der Adsorptions-Kapazität gewährleistet und andererseits auch ein Minimum an Dampfverbrauch

für das Ausdämpfen gegeben, da dieser Vorgang bei stets nur vollständig gesättigten Adsorbern vollzogen wird. Dank dieser Maßnahme arbeiten die Silicarbon-Anlagen auch bei jeder Auslastung



Ausnutzung der Beladefähigkeit eines Adsorptionsfilters bei einstufiger und zweistufiger Betriebsweise.

gleich wirtschaftlich, besonders in Verbindung mit einem automatisch arbeitenden Luftabsauge-Regler, der beim Zu- und Abschalten einzelner Verdampfungssteile die durch die Apparatur geförderte Luftmenge auf den erforderlichen wirtschaftlichsten Sollwert einstellt. Die Abb. zeigen den Verlauf der Beladung eines Adsorptionsfilters beim Trennen eines Lösemittel-Luft-Gemisches bzw. die Ausnutzung der Beladefähigkeit eines Adsorptionsfilters bei ein- und zweistufiger Betriebsweise. Die Apparaturen sind raumparend und leicht gebaut und tragen den etwa auftretenden Korrosionsgefahren weitgehend Rechnung. (45)

Kolloidfilter²⁾ kann man nach Berndel³⁾ folgendermaßen herstellen: man faßt 7 bzw. 19 Glascapillaren zu einem Bündel zusammen und streckt sie in der Hitze auf eine bestimmte Länge; dabei entsteht ein nahtloser Filterstab mit 7 bzw. 19 Poren vermindertter Weite. Bündelt man jetzt 7 bzw. 19 solcher Stäbe, erhitzt

¹⁾ 1935 entwickelt. Im Handel.

²⁾ Manegold u. Böhme, Kolloid-Z. 103, 96 [1943].

³⁾ D. R. P. 704826.

und streckt sie wieder, so erhält man einen Filterstab 2. Stufe mit 7^2 bzw. 19^2 Poren. Filterstäbe 6. Stufe enthalten demnach 7^6 , d. h. 117649 Poren, und *Berndel* ist es tatsächlich gelungen, solche Stäbe herzustellen; ihr Durchmesser betrug 1 mm. „Durch Abtrennung von Teilen normal zur Längsachse eines Stabes erhält man Siebe und Spinnbrausen und Filter mit einer Porenweite bis zur Größe kolloider Teilchen. Die Porenweite ist bis auf Bruchteile ihrer eigenen Größe gleich und kann gemessen und berechnet werden. Der Weg der Poren durch die filtrierende Wand ist geradlinig, wodurch die Filtrationsgeschwindigkeit günstig beeinflusst wird.“ Die mikroskopische Untersuchung eines 19^4 -Filters (Abb. 1) zeigt nun, daß die Poren nicht genau kreisrund sind, u. zw.

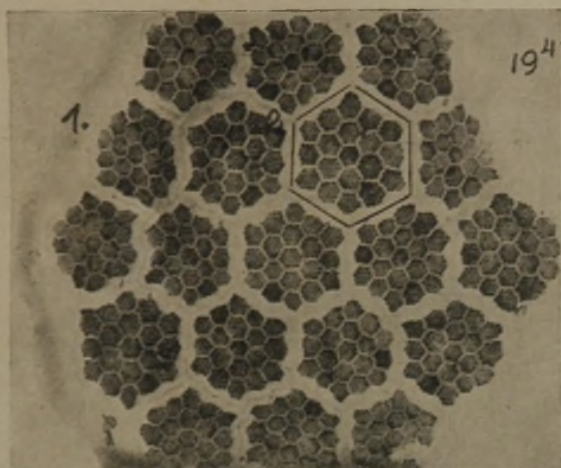


Abb. 1. Berndel-Filter. Vergr. 23-fach (\times).

weichen die peripher liegenden Poren von der Kreisform stärker ab als die zentral liegenden (Abb. 2); das gleiche gilt auch für die außen bzw. innen liegenden Bündel. Die Porenweite beträgt beim 19^4 -Filter im Mittel $5,5 \mu$, beim 19^2 -Filter im Mittel 200μ . (Die Glasspinddusen der Fa. Aschenbrenner besitzen nach Angaben aus dem Jahr 1940 auf der Düsenfläche 800 bzw. 1600 Löcher von 60 bzw. 105μ Dmr.) Auf anderen Aufnahmen ist ferner zu erkennen, daß die Bündel nicht nahtlos zusammengeschmolzen sind, sondern von Capillaren mit dreieckigem Querschnitt umgeben sind, die in den Eckpunkten eines die Poren umhüllenden fiktiven Sechsecks liegen. Je nach zugehöriger Steife ist ihre Weite kleiner oder größer als die der Filterporen oder von derselben Größenordnung. Bei der Prüfung mit einer verdünnten wässrigen Suspension roter Blutkörperchen, deren Scheibendurchmesser 8μ beträgt, wurde am 19^4 -Filter festgestellt, daß die Capillarweite der Fehlstellen erster oder auch zweiter Stufe viel größer war

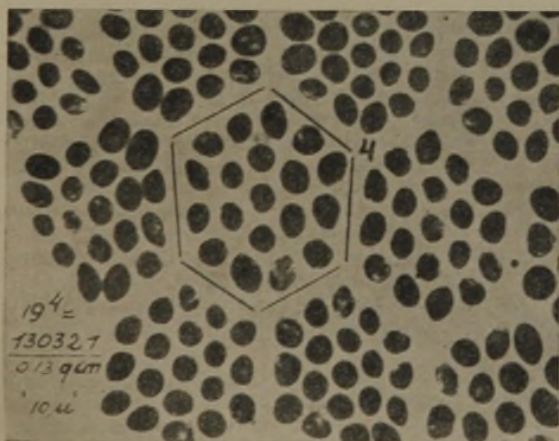


Abb. 2. Berndel-Filter, Ausschnitt. Vergr. 1000-fach (\times).

als die Porenweite der Filterporen, so daß die Suspension einfach durch die Fehlstellen hindurch filtrierte, ohne daß sich die Filterporen merklich an der Filtration beteiligten. Trotz dieser Mängel stellen die „Berndel-Filter“ eine bedeutsame Bereicherung dar. Sie können sehr wahrscheinlich in Bakteriologie und Virus-Forschung eingesetzt werden und Verwendung finden als Spinddusen für gefüllte und nicht gefüllte Fäden, zur Erzeugung feinblasiger Schäume und Emulsionen usw. Besonders wichtig erscheint die Möglichkeit, das jetzige Einwegfilter zu einem Mehrwegfilter auszubauen, um verschiedene Stoff- oder Energiearten oder -konzentrationen räumlich getrennt oder in möglichst inniger Durchmischung in Erscheinung treten zu lassen. Zur Halterung dient ein Messingstück von 2,4 cm Kantenlänge, in das das Filterscheibchen unterhalb einer zentral liegenden

$1,5$ mm weiten Öffnung eingelassen ist; die durch das Filter unten verschlossene Öffnung dient zur Aufnahme der zu untersuchenden Suspensionen. An dieses Messingstück ist ein zweites gleich großes angeschraubt, das eine Aussparung aufweist und als Vorlage für das Filtrat dient; zum Anschluß an eine Saug-, Druck- oder Spülvorrichtung sind zwei Injektionsnadeln eingeschmolzen, schließlich gestattet ein Fenster den Eintritt kondensierter Lichtstrahlen zur mikroskopischen Beobachtung. (55)

Über die Ausbesserung von Maschinenschäden durch Schweißen⁵⁾ ist kürzlich eine umfassende reich bebilderte Übersicht erschienen, die stärkste Beachtung verdient, da sich dadurch erhebliche Ersparnisse erzielen lassen, wie folgende Zusammenstellung zeigt:

Einsparung der Schweißung eines Dampfmaschinenzylinders gegenüber einer Neuanschaffung.

	Arbeitsstunden	Werkstoffverbrauch kg	Lieferzeit	Kosten
			Wochen	RM.
Neuabguß	1200	3250	70	6800
Schweißung	130	85	4	1100
Ersparung %	89,0	97,4	94,3	84,2

Ein gebrochenes Werkstück nicht schweißen zu lassen, bedeutet heute, den Fortschritt der Technik nicht berücksichtigen wollen, und vor allem eine gedankenlose Verschwendung oder Verschleuderung von Werkstoffen und Zeit.

Für den Ausbesserungsprozeß ist zweierlei von großer Bedeutung. Erstens die Art des Schadens, sei es Verschleiß, Riß oder Bruch, seine Lage zum Querschnitt, zur umgebenden Formmasse usw. Auch die Grundformen der Risse und Brüche sind dabei scharf zu unterscheiden; kann man doch häufig daraus ersehen, ob Konstruktionsfehler vorliegen oder Fabrikationsfehler wie Guß- und Walzfehler, ob Materialfehler, Wartungsfehler oder Fehler durch äußere Einwirkung, wie Alterung, Ermüdung und vor allem Korrosion. Zweitens der Werkstoff. Zunächst ist festzustellen, ob das Werkstück nach Ausbau und Freilegen aller Nebenteile einer Anlaß- und Glühbehandlung im Feuer ausgesetzt werden kann. Reparaturschweißungen sind immer Schmelzschweißungen, die von der Schweißstelle die gleiche Festigkeit, Dehnung und Härte fordern, wie sie der Werkstoff vor der Schweißung besessen hat. Die meisten Mißerfolge bei Graugußstücken sind darauf zurückzuführen, daß das Gußstück überhaupt nicht oder nur teilweise und zu wenig vorgewärmt wird. Dabei sind die Wärmevergänge im Werkstoff hier von weitaus größerer Bedeutung als beim dehn- und schmiedbaren Flußstahl. Maschinenguß ist daher nur in rotwarmem Zustand, Flußstahl nur mit hochdehnbarem Zusatzwerkstoff zu schweißen; Schrumpfspannungen und Stauungen sind durch einen Glühprozeß der Nahtzone zu beseitigen. Im Kesselausbau wird Gas-schmelzschweißung wegen der günstigen Dehnung der Schweißstellen verwendet. Die verhältnismäßig hohe Temperatur der Acetylen-Sauerstoff-Flamme macht bei großen Materialquerschnitten Vorwärmung erforderlich. Das elektrische Eintauchschweißverfahren liefert im Maschinenbau bei dickwandigen Gußkörpern weiche, spannungsfreie und bearbeitbare Schweißstellen. Im Hinblick auf den Heiztemperaturverlauf ist das Gußstück nach der Schweißung und einer gewissen Abklingzeit nochmals kurz auf $\sim 550^\circ$ anzulassen. Ferner ist zu berücksichtigen, daß jeder Riß oder Bruch den Wärmeübergang oder -durchgang unterbricht, wodurch Wärmestauungen auftreten und Rißerweiterungen nicht immer zu vermeiden sind. Durch Unterteilung der einzelnen Bruchquerschnitte kann das Werkstück günstiger und mit weniger Wagnis angeheizt und geschweißt werden, als wenn es in einem Schweißvorgang allzu lange der Hitze ausgesetzt wird. Nicht schweißfähig ist Gußeisen, das längere Zeit Temperaturen zwischen 400° und 800° ausgesetzt oder mit Öl in Berührung war; ebenso wirken Feuergase, die die Graphitblättchen des Graugußgefüges verbrennen. Derartige Fälle liegen vor allem bei Dampfturbinengehäusen, Überhitzerkammern, Heizkesselgliedern, Kokillen, Zylinderköpfen von Gas- und Dieselmotoren u. dgl. vor. Treten besondere Schwierigkeiten auf, so hilft man sich u. U. mit mehreren Schweißverfahren. Zahlreiche Beispiele aus der Praxis, deren Ausführung allein schon zu viel Raum beanspruchen würde, zeigen, daß die Schweißtechnik ein wirksames Hilfsmittel darstellt, totale Maschinenschäden schnell zu beheben. „Ein beschädigtes Werkstück schweißen“, heißt es zum Schluß, „ist das idealste Umstellbeispiel im Werkstoffsparen, ist auch der beste Sparstoffeinsatz im Kriege.“ (60)

Technische Reinigung mit alkalischen Reinigungsmitteln⁶⁾. Die Reinigung mit alkalischen Reinigungsmitteln in der metallverarbeitenden Industrie ist heute von großer Bedeutung. Wichtig ist z. B. die Reinigung von Teilen, die anschließend einem Oberflächenschutzverfahren unterworfen werden. Al-Bleche, die lackiert werden sollen, müssen vollkommen beschlagfrei gereinigt werden, wobei unter Beschlägen Umsetzungsprodukte aus den Reinigungsmitteln mit den Härtebildnern des Wassers oder Reinigungsmittelreste zu verstehen sind. Es hat sich gezeigt, daß in solchen Fällen nach der Behandlung in den alkalischen Reini-

⁵⁾ H. Türcke, Autogene Metallbearbeit. 36, 81, 110 [1943].

⁶⁾ H. Rogner, Korros. u. Metallschutz 19, 113 [1943].

⁴⁾ Kolloid-Z. 90, 194 [1940].

gungslaugen zweckmäßigerweise nicht mit heißem, sondern mit kaltem Wasser gespült wird. Die Entfettung mit alkalischen Reinigungsmitteln bietet bei Teilen aus Eisen insofern Schwierigkeiten, als beim Wassernachspülprozeß leicht Rost auftreten kann. Dies kann vermieden werden durch passivierende Zusätze zum Spülbad, wie P_2 -Rostschutz. Solche passivierenden Produkte können auch beim Schleifen von Eisen-Teilen dem Kühlwasser zugesetzt werden. In den technischen Reinigungsmitteln finden die Alkali-Salze der verschiedenen Kieselsäuren auf Grund ihrer vorzüglich reinigenden Eigenschaft und ihrer Schutzwirkung gegen Aluminium und dessen Legierungen mit Recht eine sehr weitgehende Verwendung. Auf manchen Gebieten der Oberflächen-technik, insbes. in der Galvanotechnik, müssen dabei, um Störungen zu vermeiden, bestimmte Arbeitsweisen eingehalten werden. Die Teile müssen nach der Behandlung in den wasserglas-haltigen Reinigungsmittellösungen möglichst rasch mit Wasser gründlich gespült werden. Wenn die Teile längere Zeit ungespült liegen bleiben, können sich durch die Einwirkung der Luft-Kohlensäure Kieselsäure-Abscheidungen bilden, die mit Wasser nicht mehr abspülbar sind und die Haftfestigkeit der galvanischen Niederschläge ungünstig beeinflussen. Al-Bleche, die anschließend dem E.W.-Schutzschicht-Verfahren unterzogen werden, dürfen nur mit wasserglas-freien alkalischen Reinigungsmitteln behandelt werden.

Bei der Phosphatierung von Eisen-Teilen ist eine restlose Entfettung unbedingt erforderlich. Die Prüfung der Teile auf restlose Entfettung wird mit der Wasserbenetzungsprobe durchgeführt.

Die bei der Reinigung mit alkalischen Reinigungsmitteln anzuwendenden Konzentrationen richten sich nach der Art der zu entfernenden Verschmutzung. Während man in der Fertigungsindustrie i. allg. mit 2–5%igen Lösungen einwandfreie Ergebnisse erhält, müssen in der Reparaturindustrie, z. B. bei der Reinigung von Auto- oder Flugzeug-Motoren, meist höhere Konzentrationen (etwa bis zu 15%) verwendet werden. Besondere Beachtung ist der Zusammensetzung des Wassers zu widmen, da die Härtebildner durch die alkalischen Reinigungsmittel ausgefällt werden und dadurch einen Teil des Reinigungsmittels verbrauchen. Ein Eisen- oder Mangan-Gehalt des Wassers kann sich bei der Reinigung von Teilen aus Zink und dessen Legierungen, insbes. mit Aluminium korrosionstechnisch unangenehm bemerkbar machen, ein hoher Gehalt an Chloriden kann bei der Behandlung von Mg-Legierungen zu Korrosionen führen.

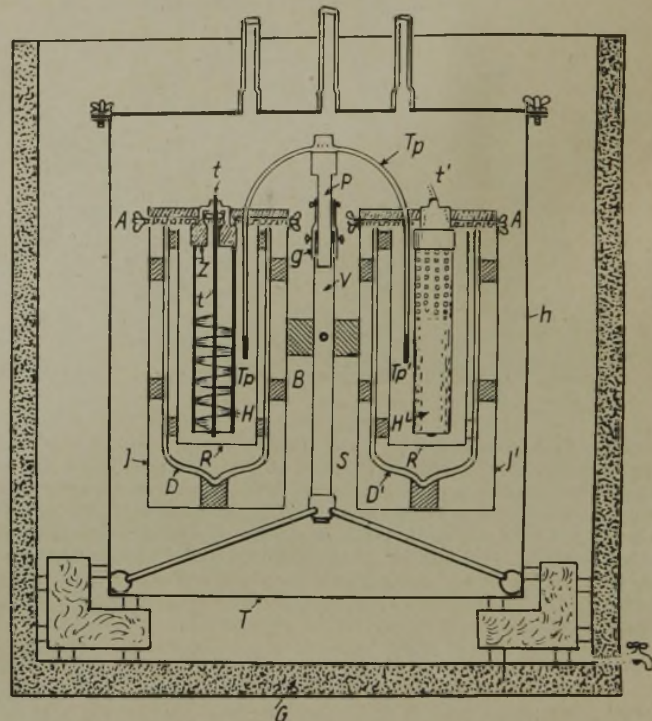
Bei der Durchführung von alkalischen Reinigungsvorgängen ist auch die apparative Seite von großer Wichtigkeit. Die Reinigung von Hand ist nur bei Anfall von wenig Reinigungsgut wirtschaftlich. In der Industrie verwendet man für Reinigungsarbeiten Koch-, Flut- und Spritzanlagen. Das Abkochen erfordert apparativ den geringsten Aufwand. Bei der Flutanlage wird die Reinigungslauge mit Hilfe einer Pumpe dauernd umgewälzt; man kann hierbei mit niedrigeren Temperaturen arbeiten (etwa 60–80°). Die Spritzmaschinen werden in den verschiedensten Ausfertigungen auf den Markt gebracht und eignen sich vor allem für die Einschaltung in Fließbandfertigung. In besonderen Fällen können Kochen, Fluten und Spritzen kombiniert werden.

Bei der Reinigung mit alkalischen Reinigungslösungen kann das vom Reinigungsgut abgelöste Öl zum größten Teil wieder zurückerhalten werden. Die Reinigungswirkung beruht nämlich in der Hauptsache auf Emulgierwirkung; wenn man die Lösungen längere Zeit ruhig stehen läßt, trennt sich die Emulsion zum größten Teil wieder, und das abgeschiedene Öl kann abgeschöpft oder abgelassen werden. Es bestehen in apparativer Hinsicht verschiedene Möglichkeiten, die Ölrückgewinnung möglichst automatisch und wirtschaftlich durchzuführen. (63)

Über Gasanalysen durch Wärmeleitmessung, die sich für die Betriebsüberwachung als wertvoll erwiesen haben, ist kürzlich ein Überblick erschienen⁷⁾. Die größte Verbreitung haben die Wärmeleitfähigkeitsmeßgeräte für die Überwachung der Abgase von Feuerungsanlagen zur Bestimmung des Luftüberschusses gefunden; meist handelt es sich hier um eine O_2 -Bestimmung, bei Abgasen mit konstantem maximalen CO_2 -Gehalt wird dieser bestimmt. Auch bei der Soda-Herstellung nach *Solvay*, der Saturation in der Zuckerindustrie, der CO_2 -Herstellung aus Rauch- oder Gärgasen, der Untersuchung der Lagerraumlufte von Früchten sind Kohlensäure-Analysen wertvoll. Aufgeführt werden weiter die Bestimmung von Schwefeldioxyd in der Schwefelsäure- und Zellstoffindustrie, von Wasserstoff zur Feststellung von Undichtigkeiten von Gasbehältern und -rohren, für die Überwachung von Hochofen- und Generatorgas, für die Hydrierung von Kohle usw. sowie zur Kontrolle der Reinheit von Elektrolyt- H_2 oder des richtigen Mischungsverhältnisses für die NH_3 - und Benzin-Synthese, von Sauerstoff in dem aus flüssiger Luft gewonnenen Stickstoff, von Ammoniak bei der NH_3 -Katalyse, schließlich von organischen Dämpfen in Luft zur Verhütung von Vergiftungen oder Explosionen bzw. zur Schädlingsbekämpfung bei der Begasung von Silos usw. Auch Edelgase (z. B. Ar in N_2 - H_2 -Mischungen) und aggressive Gase wie Chlor sind gut bestimmbar. (58)

⁷⁾ F. Liencreg, Arch. techn. Mess. V 723 — 16 [1943]. Über die physikalischen Voraussetzungen und die Schaltanordnungen bei der Gasanalyse durch Wärmeleitmessung s. Arch. techn. Mess. V 723 — 15 (diese Ztschr. 16, 54 [1943]); s. a. Arch. techn. Mess. V 723 — 8 u. 9.

Eine Apparatur für kryoskopische Messungen ist von L. Cavallaro⁸⁾ entwickelt worden. Die wesentlichen Teile sind folgende (vgl. Abb.): In einem elliptischen Gefäß T aus Zink, das mit einem wasserdichten Deckel verschlossen werden kann, steht das Gestell S, an dem mittels Ebonit-Block B zwei Gefäße J, J' aus verchromtem Metall befestigt sind, die zwei Dewar-Gefäße D, D' enthalten, die die eigentlichen Untersuchungsgefäße, zwei Zylinder R, R' aus Jenaer Glas mit flachem Boden aufnehmen. In diese ragen einerseits die Thermosäule T_p hinein, die in der Mitte einen Stiel P aus Ebonit besitzt und damit in der gewünschten Höhe in dem Rohr V des Gestells festgeklemmt wird, und andererseits die Schneckenrührer t, t' , die in zylindrischen Gefäßen rotieren, deren Boden und obere Wandteile durchlöchert sind, um die Zirkulation der Flüssigkeit zu ermöglichen. Die Drehbewegung wird durch zwei Transmissionen übertragen, die durch Zahnrad-



getriebe von einer dritten in Bewegung gesetzt werden. Alle Teile mit Ausnahme des Motors befinden sich also innerhalb des Thermostatenraumes; als Schmieröl wird ein für tiefe Temperaturen geeignetes verwendet. Das Ganze steht in einem Gefäß G, dessen Wände mit Suberit isoliert sind, in Eis. Auch die Zylinder R, R' sind mit Eis gefüllt, das aus demselben Leitfähigkeitswasser gewonnen wird, das auch zur Herstellung der Lösungen dient. Zur Feststellung der thermischen Differenz zwischen den Gleichgewichten: festes Lösungsmittel/Lösung und festes Lösungsmittel/flüssiges Lösungsmittel wird ein Kupfer-Konstantan-Thermoelement von 50 Lötstellen verwendet. Die EMK wird nicht direkt gemessen, sondern mit Hilfe einer Nullmethode unter Verwendung eines Kompensationsstroms. Mit dem Galvanometer nach *Moll* gelingt es, mit einer 3-m-Skala je Millimeter Abweichung 0,04 μV entsprechend 0,000021° zu bestimmen. Durch genaue Eichmessungen an einfachen starken Elektrolyten, wie KCl, ist die gute Arbeitsweise der Apparatur überprüft. (56)

Wege zur Energieeinsparung: Richtige Einteilung des Kohlenvorrats. Viele Betriebe, die Kohle oder Koks nur zur Raumheizung benötigen, stehen mit Beginn des Winters vor der Frage, wie sie mit der ihnen zugewiesenen Brennstoffmenge während der Heizperiode auskommen sollen. Da hilft nur scharfe Einteilung nach einem bestimmten Plan, wenn man nicht Gefahr laufen will, daß der Brennstoffvorrat vorzeitig erschöpft ist. Für normale Winter hat sich folgende Verteilung der Gesamtmenge auf die einzelnen Monate bewährt:

September	2,0%
Oktober	9,6%
November	11,7%
Dezember	17,0%
Januar	17,9%
Februar	15,0%
März	13,5%
April	9,5%
Mai	3,8%
Summe	100 %

⁸⁾ Ber. Dtsch. Chem. Ges. 78, 656 [1943].

Haus der Technik, Essen.

Tagung Destillationstechnik am 14. Mai 1943.

Dipl.-Ing. Walter Fischer, Duisburg-Meiderich: *Stetige Destillation von Vielstoffgemischen**.

Die Versuche, Destillationsverfahren stetig zu gestalten, reichen weit zurück. So wurden bei der ältesten industriellen Anwendung der Destillationstechnik, nämlich der Gewinnung von hochprozentigem Alkohol, schon Mitte des vorigen Jahrhunderts stetige Verfahren eingeführt. Die großtechnische Destillation von Mineralölen (z. B. Erdöl und Teer) erfolgte Jahrzehnte hindurch absatzweise aus Retorten, selbst dann noch, als große Durchsatzmengen zahlreiche Einheiten erforderten. Erst nach der Erfindung des Röhrenofens durch den Franzosen Lennard wurde der wirtschaftlich vorteilhafte Übergang zum stetigen Betrieb zunächst in der Erdölindustrie möglich. Trotz zahlreicher Vorschläge hat sich hingegen die stetige Teerdestillation erst in jüngster Zeit durchgesetzt. Heute läßt sich die Forderung erhöhter Wirtschaftlichkeit in Verbindung mit einfachen und leistungsfähigen Apparaturen nur im stetigen Betrieb erfüllen. Dabei ist es notwendig, die Apparate möglichst weitgehend theoretisch durchzurechnen, um allen Qualitätsansprüchen gerecht zu werden. Vielstoffgemische bieten verständlicherweise hier besondere Schwierigkeiten.

Vorweg muß man sich über die Begriffe „Abtrieb“ und „Spontanverdampfung“ klar werden. Wir verstehen unter Abtrieb die Verdampfung der leichtsiedenden Bestandteile aus dem vorgelegten Rohgemisch in mehreren oder vielen Stufen, wobei das schon verdampfte der Berührung mit dem Restgemisch fortlaufend entzogen wird. Unter Spontanverdampfung (single flash) versteht man die plötzliche Verdampfung aller flüchtigen Bestandteile auf einmal bis zum Rückstand. Der Gesamtdampf befindet sich dabei in Berührung mit dem Restgemisch. Der Abtrieb kann sowohl unstetig aus Blasen als auch stetig mit Hilfe von Abtriebssäulen technisch durchgeführt werden. Das letztere Verfahren ist in der Alkohol- und Lösemitteldestillation vorherrschend. Die Spontanverdampfung kann nur stetig verwirklicht werden, u. zw. bisher ausschließlich mit Hilfe von Röhrenöfen. Der abziehende Dampf wird nach Bedarf anschließend in einer oder mehreren Kolonnen rektifiziert. Die Spontanverdampfung gestattet die Verarbeitung großer Mengen bei gesenkter Destillationstemperatur und kürzester Erditzungsdauer.

Wesentlich für den Verfahrenstechniker ist die Bestimmung der Spontanverdampfungstemperatur bei verschiedenen Destillationsdrücken. Diese kann, abgesehen von Versuchen, aus der Siedeanalyse nach einem von Piromoor u. Beiswenger¹⁾ angegebenen graphischen Näherungsverfahren, ermittelt werden. Sehr leichtsiedende Vielstoffgemische werden oft unter höherem als dem Atmosphärendruck (in sog. Stabilisatoren) destilliert, um die Anwendung der üblichen Heiz- und Kühlmittel (Wasserdampf und Wasser) zu gestatten. Bei sehr hochsiedenden Gemischen (Schmieröl, Asphalt, Teer usw.) ist die Vakuumdestillation üblich, um mit der Temperatur in den apparativ bequem zu beherrschenden Bereich unter 400° zu kommen. Häufig wird die Senkung der Destillationstemperatur durch direkt eingeblasenen Wasserdampf erstrebt, was aber gegenüber der Vakuumdestillation wärmewirtschaftlich ganz wesentlich ungünstiger ist. Die Festlegung der Spontanverdampfungstemperatur bei verschiedenen Drücken kann, sofern sie nur für zwei Drücke bekannt ist, durch logarithmisch-hyperbolische Interpolation leicht für jeden beliebigen Druck erfolgen.

Eine noch wenig geklärte und besprochene Frage ist die, inwieweit bei von der Atmosphäre abweichenden Drücken die Trennung der verschiedenen Bestandteile des Gemisches erleichtert oder erschwert wird. Der Abstand der Siedepunkte zweier Stoffe bei 760 Torr im Vergleich zu dem Abstand der Siedepunkte bei einem anderen Druck gibt über diese Frage keinen Aufschluß. Es ist vielmehr notwendig, die Dampfteildrücke der verschiedenen Bestandteile des Gemisches bei der Destillationstemperatur in Beziehung zu setzen. Das bedeutet nichts anderes, als nach den Gesetzen von Raoult u. Henry das Verdampfungsbestreben (volatility) der einzelnen Gemischbestandteile bei verschiedenen Temperaturen zu vergleichen, d. h. das relative Verdampfungsbestreben der einzelnen Stoffe untereinander zu bestimmen. Bei den paraffinischen Kohlenwasserstoffen nimmt das relative Verdampfungsbestreben mit fallender Temperatur (fallendem Druck) durchweg zu, während bei den Teer-Kohlenwasserstoffen sowohl Zunahmen als auch Abnahmen mit der Verdampfungstemperatur vorkommen. Es ist hier Sache des Verfahrenstechnikers, den Destillationsdruck richtig zu wählen.

Das wichtigste Organ einer stetigen Destillationsanlage ist heute der Röhrenofen, von dessen zahlreichen Bauarten

sich jedoch nur wenige allgemein eingeführt haben. Längs des Rohrweges in einem Röhrenofen treten ganz beträchtliche Veränderungen von Temperatur und Druck auf, u. zw. nimmt der Druck ab, die Temperatur zu. Gleichzeitig findet in den meisten Öfen eine teilweise Verdampfung des flüssigen Gutes statt. Die thermodynamischen Vorgänge bei Vielstoffgemischen hat hier Thormann²⁾ in einer schönen Darstellung grundsätzlich geklärt. Man ist jedoch von der zahlenmäßigen genauen Berechnung noch weit entfernt und muß sich mit Näherungslösungen begnügen. Insbes. ist die Berechnung der Heizfläche in der Berührungs- und Strahlungszone und des Verlaufs von Temperatur und Druck wichtig, um mit dem Ofen die geforderte Leistung zu erzielen. Für die Berechnung der Strahlungsheizfläche wird meist die Formel von Wilson, Lobbo u. Hottel³⁾ benutzt, während die Berechnung der Berührungszone ähnlich wie die Vorwärmeheizfläche im Dampfkesselbau erfolgen kann. Für die Berechnung des Druckabfalls müssen zunächst Annahmen gemacht werden, die in einem 2. oder 3. Rechnungsgang berichtigt werden. Ist der Druckverlauf bekannt, so kann aus der zugeführten Wärme mit Hilfe von i-t-Diagrammen aus Isobaren der Temperaturverlauf bestimmt werden. Die Berechnung der Rektifizierkolonnen ist sowohl für Böden als auch für Füllkörper bei Zweistoffgemischen eingehend geklärt worden. Auch für Vielstoffgemische gibt es Berechnungsmethoden⁴⁾, die aber umständlich und schwierig sind. Wesentlich ist aber für den Verfahrenstechniker die Erkenntnis, wie die Wirksamkeit einer Rektifizierkolonne sich mit der eingebauten Bodenzahl, der Bauhöhe der Füllkörperschicht und dem Rücklaufverhältnis ändert. Es ist erforderlich, das wirtschaftliche Optimum zwischen Baustoffaufwand (z. B. eingebauter Bodenzahl) und Wärmeaufwand (Rücklaufverhältnis) zu finden. Dabei ist zu berücksichtigen, daß man in beiden Richtungen sehr schnell zu dem Unendlichen zustrebenden Werten gelangt, wenn man von dem Optimum allzu sehr abweicht.

Bei der Destillation von großen Mengen ist die Abschätzung des Wärmeaufwands zur Destillation eine wichtige Aufgabe. Es ist vom Vf. schon früher⁵⁾ dargelegt worden, daß man für Vielstoffgemische nicht etwa durch Addition der Wärmewerte der Einzelstoffe, sondern nach einem summarischen Verfahren i-t-Diagramme aufstellen kann, die insbes. für die Spontanverdampfung eine direkte Ablesung des theoretischen Wärmeaufwands gestatten. Die Ermittlung des Wärmeaufwands für die Blasendestillation, die zum Vergleich mit dem stetigen Betrieb erwünscht ist, macht größere Schwierigkeiten, da sich während der Destillation die Destillationstemperatur fortlaufend ändert. Es wird ein neues Rechenungsverfahren beschrieben, nach dem man den Wärmeaufwand für die Blasendestillation mit guter Näherung vorberechnen kann. Es beruht darauf, daß man für den Temperaturanstieg entweder über die ganze Destillation oder über Teile davon eine Gerade annimmt und die Wärmekonstanten (Verdampfungswärme und spezifische Wärme) temperaturabhängig einführt. Vergleicht man den Wärmeaufwand für den Blasenabtrieb und die Spontanverdampfung bei verschiedenen Temperaturen und für Wasserdampf-Einblasung, so ergibt sich, z. B. für entwässerten Steinkohlenteer, daß die Spontanverdampfung bei gutem Vakuum hinsichtlich des Wärmeaufwands allen anderen Verfahren weit überlegen ist.

Es wird ein neues Verfahren zur stetigen Destillation von Steinkohlenteer beschrieben, das nach den grundsätzlichen, im vorhergehenden geschilderten Erkenntnissen entwickelt wurde⁶⁾. Dieses Verfahren arbeitet mit einmaliger Erhitzung in einem Röhrenofen und Rektifikation der verdampften Ölteile in mehreren nachgeschalteten Kolonnen. Der Rücklauf für diese Kolonnen wird durch teilweise Kondensation erzeugt, wobei — infolge der guten Wirksamkeit der Kolonnen — nicht mehr Rücklauf erforderlich ist, als dem Anteil der verschiedenen Ölfractionen entspricht. Als solche werden abgenommen: Anthracen-Öl, Solvay-Waschöl, Naphthalin-Öl und Carbol-Öl. Diese sind so scharf fraktioniert, daß das Waschöl verkaufsfertig ist und die übrigen Öle ohne nochmalige Destillation durch einfache Kristallisation von ihren festen Bestandteilen befreit werden können. Das Pech fällt in bester Beschaffenheit mit niedrigem Feststoffgehalt an. Besonders bemerkenswert sind die durch Spontanverdampfung unter hohem Vakuum erzielten außergewöhnlich niedrigen Temperaturverhältnisse, bei denen das Verfahren arbeitet. Die Folgen davon sind geringer Wärmeverbrauch, vermehrte Ölausbeute, Vermeidung von Koksansätzen im Röhrenofen und Verhinderung von Korrosionserscheinungen. Eine ausgeführte Großanlage hat nach annähernd einjährigem Dauerbetrieb bei einer Leistung von 12 t/h einen Wärmeverbrauch von 30 nm³ Koksofengas je Tonne entwässerten Teer ergeben, was als außerordentlich günstig bezeichnet werden muß.

¹⁾ Chem. Apparatur **27**, 97 [1940].

²⁾ Ind. Engng. Chem. **24**, 486 [1932].

³⁾ Z. B. Smith, Trans. Amer. Inst. chem. Engr. **37**, 333 [1941].

⁴⁾ W. Fischer, Z. Ver. dtsh. Ing., Beih. Verfahrenstechn. **1938**, Nr. 6, S. 178.

⁵⁾ Anlagen nach denen von der Ges. f. Teerverwertung m. b. H. entwickelten Verfahren werden von der H. Koppers G. m. b. H. gebaut.

* Eine ausführliche Wiedergabe des Vortrages erscheint demnächst in der Z. Ver. dtsh. Ing., Beih. Verfahrenstechn.

¹⁾ Amer. Petr. Inst. Bull. **10**, Nr. 2, 52 [1929].

Sondertagung für Schweißtechnik.

26. Mai 1943 in Hannover.

Unter der Leitung von Professor Dr.-Ing. habil. A. Matting fand nach zwei Jahren wiederum eine schweißtechnische Sondertagung *Maschinen und Geräte der Schweißtechnik* statt. Veranstalter waren die im Gauhaus der Technik zusammengefaßten technisch-wissenschaftlichen Verbände und das Institut für Werkstoffkunde und Schweißtechnik der T. H. Hannover.

Dr.-Ing. W. Adrian, Berlin: *Schweißtechnische Gemeinschaftsarbeit in heutiger Zeit*.

Im März 1943 wurde der Arbeitsring „Schweißen und Schneiden“ im NSBDT gebildet. Vorsitzender ist: Marine-Oberbaudirektor Prof. Burkhardt. Das Ziel ist die Lenkung der wissenschaftlichen Forschung und der Gemeinschaftsarbeit auf dem Gebiete der Schweißtechnik.

Dr.-Ing. E. Zorn, Frankfurt a. M.: *Autogene Schweiß- und Schneidgeräte*.

Wegen Metallsparnis und Leistungssteigerung befassen sich die Lieferfirmen mit der Vereinheitlichung der autogenen Schweiß- und Schneidgeräte. Schweißbrenner werden zukünftig nur in leichterer Ausführung geliefert. Die ortsbeweglichen Acetylen-Entwickler werden vereinheitlicht, während bei Großentwicklern den Herstellern größere Freiheit gelassen ist, jedoch nur in Zusammenarbeit mit dem Leiter des zuständigen Sonderrings.

Dr.-Ing. R. Malisius, Berlin: *Der Fugenhobler*.

Der Fugenhobler wird zum Brennen von Nuten mit etwa halbkreisförmigem Querschnitt in die Oberfläche von Stahlwerkstücken verwendet. Hauptanwendungsgebiete sind Ausnuten der Wurzel von Stumpfnähten, Entfernen von Kehlnähten und Ausarbeiten von Rissen. Gegenüber dem Preßluftmeißel besitzt das Gerät wesentliche Vorteile: geringe Kosten und Arbeitszeit, weniger Lärm und körperlich anstrengende Arbeit, Arbeiten in allen Lagen, maschinelle Führung und Sichtbarwerden feiner Risse und Spalten. Anschließend wurde der Film „*Automatisches Schweißen eines versteiften Behälters*“ vorgeführt, worin der Fugenhobler in seiner Arbeitsweise gezeigt wurde.

Dr.-Ing. U. Esterer, Berlin: *Untersuchungen über die Beeinträchtigung von Brenner-Rückschlägen im Acetylen-Sauerstoff-Schneidbrenner*.

Eine Vorrichtung, die jeden Rückschlag im Schweiß- und Schneidbrenner beseitigt, wurde im Versuchsfeld für Schweißtechnik an der T. H. Berlin entwickelt. Sie wurde zum Patent angemeldet.

Obering. Dipl.-Ing. K. Ritz, Berlin: *Lichtbogenschweißgeräte und ihre Entwicklung*.

Höchste Anforderungen werden an die Lichtbogenschweißgeräte gestellt. Die Entwicklung wurde in dieser Richtung hin beeinflusst. Die neuen Regeln für Schweißstromerzeuger, die betriebssichere Maschinen gewährleisten, sind zu beachten. Planmäßige Untersuchungen wurden an Schweißstromerzeugern angestellt und lieferten wichtige Erkenntnisse. Es wurde dann ein Überblick über verschiedene Geräte und Mehrstellenanlagen gegeben.

Dr.-Ing. L. Wolff, München: *Die Ellira-Schweißköpfe und ihre Anwendung*.

Die Vorteile des Ellira-Schweißverfahrens gegenüber der gewöhnlichen Handschweißung sind: starke Wärmekonzentration, Wegfall von Schutzvorrichtungen, hohe Strombelastbarkeit, keine Spritz- und Abbrandverluste, hoher Reinheitsgrad der Schweißung, dadurch gute Zähigkeit trotz groben Gefüges, flacher Spannungsverlauf mit niedriger Spannungsspitzen. Die Anwendung des Verfahrens ist nur in waagerechter Lage oder bis zu 5° Neigung möglich. Lichtbilder veranschaulichten die Ausführungen.

Direktor L. Lundin, Finsterwalde (N.-L.): *Das Kaell-(Kjellberg-Lundin-)Verfahren, das automatische Hochleistungsverfahren und seine praktische Anwendung*.

Beim Mehrfachlichtbogen (Drehstrom) wird eine Leistungssteigerung erzielt durch erhöhte Wärmeentwicklung an der Elektrode. Der Einbrand im Werkstück ist in weiten Grenzen durch Einstellen verschiedener Stromstärken in den drei einzelnen Phasen veränderlich. Zwei Lichtbogen bilden sich zwischen beiden Metallkernen an der Doppelelektrode und dem Werkstück, und einer ist zwischen den Metallkernen selbst vorhanden. Man kann so veränderliche Wärmeverteilung erreichen.

Dr.-Ing. C. Becker, Finsterwalde (N.-L.): *Die Duplex-Elektrode*.

Das Kaell-Verfahren mit der Duplex-Elektrode ermöglicht eine 2,2–10fache Abschmelzleistung. Die Abschmelzvorgänge beim Dreiphasen-Lichtbogen wurden auf Grund einer Einteilung der Elektroden nach der Gestalt des Abschmelzkraters behandelt. Ein vorgeführter Film erläuterte die Ausführungen.

Abschließend wurde der Kaell-Automat bei der Firma Krupp-Stahlbau, Werk Hannover, vorgeführt, und es fand eine Besichtigung der Räume des Institutes für Werkstoffkunde und Schweißtechnik der T. H. Hannover statt.

NEUE BÜCHER

Theoretische Grundlagen der physikalisch-chemischen Meßmethoden. Von J. Haeger. (Der Chemiewerker, 1. Bd., herausgeg. von C. W. Hartig.) 140 S. M. Gehlen, Berlin-Leipzig 1939. Pr. geh. RM. 3,80.

Die überaus wichtige Aufgabe, dem Chemieingenieur einen ausgezeichneten Unterricht auch auf physikalisch-chemischem Gebiet zu geben, hat im vorliegenden Bändchen eine sachlich und didaktisch noch sehr unzulängliche Lösung gefunden. Der Chemie- und Physikerunterricht des vorbildungsfreien Jungen kann nur — im Gegensatz zum Hochschulunterricht — vom praktischen Fall ausgehend zum allgemeinen Gesetz geführt werden. Nur darin besteht eine Besonderheit der Aufgabe. Diese ist nur zum Teil folgerichtig durchgeführt. Im übrigen sollte nur das Allerwichtigste gebracht werden, dieses aber exakt und klar und nicht teilweise fehlerhaft wie in diesem Büchlein. Die so notwendige Einführung in das Lesen graphischer Darstellungen wird überhaupt nicht geboten. Grundlegend wichtige Erscheinungen werden genannt ohne jede Versuchsbeschreibung, geschweige denn Abbildung (z. B. Osmose, Thermolement, kritische Vorgänge). An Stelle schwierig zu verstehender Erscheinungen (Kohäsionskräfte, anisotrope Wärmeleitung), die in diesem Einführungsbuch nur Ballast darstellen, sollten andere wichtige Abschnitte (z. B. Luftfeuchtigkeit, Hygroskopizität usw.) ausführlicher behandelt sein.

Wegen der zahlreichen, im einzelnen leicht nachzuweisenden Fehler (vgl. besonders S. 85: Verwechslung von Leistung und Arbeit!) sollte eine unveränderte Neuauflage auf jeden Fall verhindert werden und die Bewilligung der Neuauflage von einer vollständigen Überarbeitung abhängig gemacht werden.

P. Wulff. [125.]

Betriebskontrolle und Meßwesen in der Rübenzuckerindustrie. Von F. Tödt. 128 S., 61 Abb., 12 Tabellen. Gebr. Bornträger, Berlin-Zehlendorf 1942. Pr. kart. RM. 7,20.

Dieses Buch stammt von einem Manne, der viele der darin beschriebenen Methoden selbst entwickelt hat und der sich als Zuckerfachmann bewußt ist, was er einem Laboratorium der Zuckerindustrie zumuten darf. Zeigt es dem Fabrikleiter in großen Zügen, wo der Hebel anzusetzen ist, so setzen die sorgfältig zusammengestellten Literaturangaben den tiefer schürfenden Chemiker in den Stand, sich mit den Originalabhandlungen vertraut zu machen.

Nach allgemeinen Ausführungen über Meßgenauigkeit, wirtschaftlicher Bedeutung der Meßmethoden, werden die einzelnen Methoden und ihre Grundlagen selbst besprochen. Die Bestimmung der Wasserstoff-Ionenkonzentration und der Leitfähigkeit wird weitestgehend in den Dienst der Betriebskontrolle gestellt; der Wasser- und Abwasserkontrolle sind 10 Seiten gewidmet. Mehr orientierende Ausführungen über Bodenuntersuchungen führen zu dem Kapitel Korrosion und Korrosionsverhütung, das in 12 Seiten behandelt wird.

Ein umfangreiches Literaturverzeichnis, dem sich ein gut ausgearbeitetes Sachregister anschließt, bildet den Schluß dieses „Westentaschen“-Handbuchs, das in keiner gut geleiteten Zuckerfabrik fehlen sollte, zeigt es doch die Grundlagen der „Betriebsüberwachung von morgen“ auf. Erdenbrecher. [130.]

Metallkeramik, die Herstellung von Metallkörpern aus Metallpulvern, Sintermetallkunde und Metallpulverkunde. Von F. Skaupy unter Mitwirkg. von E. Hoffmann. 3. völlig umgearb. u. verm. Aufl. 250 S., 99 Abb. Verlag Chemie, Berlin 1943. Pr. br. RM. 12,—.

Die Neuauflage des Skaupyschen Werkes stellt unter Beibehaltung der im wesentlichen auch in dem Werke von Kieffer u. Hotop vertretenen Grundgliederung¹⁾ der früheren Auflagen eine dem heutigen Stande angepaßte vollkommene Neuschöpfung dar. Das Schrifttum ist mit großer Gewissenhaftigkeit überall bis in die neueste Zeit hinein berücksichtigt. Außer den allgemeinen Kapiteln über Herstellung und Eigenschaften der Metallpulver sowie über die keramischen Metallkörper seien besonders die Abschnitte über elektrolytische Herstellung von Metallpulvern, über die Zerlegung fertiger Metallpulver in Anteile verschiedener Korngröße, über die Vorgänge beim Erhitzen von Metallpulvern sowie über amorphe und kolloide Metalle genannt. Der spezielle Teil gliedert sich in die Besprechung der hochschmelzenden Metalle, der Sinterhartmetalle, der Metalle der Eisen-Gruppe, woselbst die Herstellung der Sintermagnete eine ausführliche Behandlung findet, der niedriger schmelzenden Metalle, ferner der Nichtmetalle Kohlenstoff, Silicium und Bor und deren Verwendung, sowie einige Sonderabschnitte. Das Werk vermittelt einen möglichst vollständigen Überblick über den gegenwärtigen Stand der Metallkeramik.

Hüttig. [127.]

¹⁾ Besprechung erscheint demnächst in „Die Chemie“.

PATENTE

Alle Patente, welche nicht die chemische Apparatur und den chemischen Betrieb sondern rein chemische Verfahren betreffen, sind im Chemischen Zentralblatt referiert.

I. Allgemeine chemische Technologie

B. Meß-, Prüf- und Kontrollinstrumente (s. a. Kl. D I)

Verstellbares Flüssigkeits-Kontaktthermometer, bei dem ein Metallstäbchen mittels Drehmagneten längs einer Gewindespindel bewegt wird, dad. gek., daß als Gewindespindel ein wendelförmig gewundener Draht dient. — Die Verwendung des wendelförmig gewundenen Drahtes als Gewindespindel gestattet auch bei verhältnismäßig starker Steigung noch einen geringen Durchmesser und somit eine schnellere Einstellung des Kontaktes. 3 weitere Anspr. u. Zeichn. **Firma Hermann Juchheim**, Ilmenau. (D. R. P. 731180, Kl. 42i, Gr. 1₃₁, vom 25. 9. 1936, ausg. 16. 2. 1943.) *Rr.*

Spektralanalytische Untersuchung, insbes. von flüssigen Körpern. Verfahren zur —, dad. gek., daß man als Trägerkörper reinste Leichtmetalle verwendet, auf deren für die Aufnahme der zu untersuchenden Stoffe bestimmten Oberflächenanteilen in an sich bekannter Weise eine gewachsene Oxydschicht erzeugt wurde. — Diese durch Tauchen oder anodisch erzeugten Oxydschichten sind saugfähig und daher geeignet, die zu untersuchenden Substanzen, insbes. in Form von Lösungen, festzuhalten. Wiederholte Verwendung der Trägerstoffe ist möglich, indem die den zu untersuchenden Stoff enthaltende Oxydschicht entfernt und anschließend auf dem Träger von neuem erzeugt wird. **I. G. Farbenindustrie A.-G.**, Frankfurt a. M. (Erfinder: Dr. phil. K. E. Mann, Bitterfeld.) (D. R. P. 731323, Kl. 42h, Gr. 20₀₁, vom 8. 10. 1940, ausg. 5. 2. 1943.) *Rr.*

Mengenmesser für Flüssigkeiten mit Temperaturkorrektur, wobei der Korrektor in einer Zweigleitung parallel zum Mengemesser liegt, dad. gek., daß der Korrektor die durch die Zweigleitung strömende Flüssigkeitsmenge entsprechend ihren Temperaturschwankungen einstellt und damit die dem Mengemesser zugeführte Flüssigkeitsmenge um die durch Temperaturänderung bewirkte Zu- oder Abnahme des Flüssigkeitsvolumens ändert. — Der Korrektor enthält ein Flüssigkeitsthermometer, dessen Flüssigkeit über einen Kolben entgegen der Kraft einer einstellbaren Feder ein Drosselorgan steuert. Die Hilfsflüssigkeit besitzt den gleichen oder einen größeren Ausdehnungskoeffizienten als die Meßflüssigkeit. 2 weitere Anspr. u. Zeichn. **Siemens & Halske A.-G.**, Berlin-Siemensstadt. (Erfinder: C. O. Mangels, Leipzig.) (D. R. P. 731398, Kl. 42e, Gr. 22₀₇, vom 29. 7. 1934, ausg. 9. 2. 1943.) *Rr.*

XVIII. b) Celluloseverbindungen, Kunstfasern

Spinnlösung für Kupferkunstseide. Verfahren zur Herstellung der — unter Verwendung von Zellstoff, dad. gek., daß der in bekannter Weise durch Zermahlung in den aufgeschlossenen Zustand versetzte Zellstoff aus der Mahlvorrichtung unmittelbar, ohne mit der Außenluft in Berührung zu kommen, in das die Kupferoxydammoniaklösung enthaltende Gefäß eingeführt wird. — Hierzu dienen zwei geschlossene Gefäße, die durch eine Öffnung miteinander verbunden sind, deren eines einen Einlaß für das aus der Mahlvorrichtung austretende Gut besitzt, und deren anderes, zur Aufnahme der Lösung bestimmte Gefäß eine Ablaufvorrichtung für die Lösung und eine Luftaustrittsöffnung besitzt, die in voller Ausdehnung von einer Berielungsrichtung bestrichen wird. Dadurch kann kein zerklüftetes Material durch die Luftaustrittsöffnung entweichen. 5 weitere Anspr. u. Zeichn. **Fr. Küttner A.-G.**, Pirna. (Erfinder: Dr.-Ing. W. Pohl, Pirna, und R. Ziegenbalg, Dresden.) (D. R. P. 730075, Kl. 29b, Gr. 3₀₄, vom 17. 9. 1941, ausg. 6. 1. 1943.) *Rr.*

Vermeidung der Entstehung überlanger Fasern beim Schneiden von sauren, teilweise oder vollständig nachbehandelten Kunstfadensträngen. Verfahren zur —, bei dem der Fadenstrang der Schneidvorrichtung von oben durch einen Flüssigkeits- oder Gasstrom zugeführt wird, dad. gek., daß kurz vor dem endgültigen Durchtrennen eines jeden Fadenstrangstückes an dessen unterem Ende jeweils ein zweiter Schnitt erfolgt. — Zu diesem Zweck sind auf der Scheibe zwei Messer übereinander angeordnet, von denen das untere gegenüber dem oberen in der Drehrichtung der Scheibe um einen geringen Betrag vorgelagert ist, um die etwa vorhandenen überlangen Faserenden oder Rückstände vom ersten Schnitt zu beseitigen. 3 weitere Anspr. u. Zeichn. **Zellwolle- und Kunstseide-Ring G. m. b. H.**, Berlin. (Erfinder: Dr. H. Siebourg, Berlin-Grunewald.) (D. R. P. 730256, Kl. 29a, Gr. 6₀₅, vom 20. 6. 1940, ausg. 8. 1. 1943.) *Rr.*

c) Naturfasern, Textilbehandlung

Waschen von Rohwolle im eigenen Schweiß. Verfahren zum —, dad. gek., daß die im eigenen Schweiß vorgewaschene Wolle durch synthetische Waschmittel in einer verhältnismäßig geringen Zahl von Kufen, z. B. zwei bis drei Kufen, nachgewaschen wird, indem die aus der ersten Kufe hinter der Vorwäsche abfließende Waschlösung durch mechanische oder chemische Nachbehandlung aufbereitet, in eine der letzten Nachwaschkufen

zurückgeleitet und nur so viel neues synthetisches Waschmittel der Waschlösung zugesetzt wird, als durch den Waschprozeß jeweils verbraucht wird. — Die Waschwirkung der Schweißlauge wird dadurch verbessert, daß ein Teil der aufbereiteten Lauge zugefügt wird, während durch Zugabe von Seife die Waschwirkung vermindert wurde. Weiterer Anspr. u. Zeichn. **Leipziger Wollkämmerei**, Leipzig. (Erfinder: Dipl.-Ing. W. Stöhr, Großdeuben über Gaschwitz.) (D. R. P. 729660, Kl. 29b, Gr. 1, vom 6. 12. 1939, ausg. 19. 12. 1942.) *Rr.*

XIX. Brennstoffe, Teerdestillation, Beleuchtung, Heizung

Ermittlung des Treibdruckes verkokender Kohle. Einrichtung zur —, bei der die Kohle in einem von einem beweglichen Kolben verschlossenen zylindrischen Tiegel bei gleichbleibendem Rauminhalt erhitzt wird, wobei die auf den Kolben ausgeübten Treibdrücke mittels eines Hebelgestanges auf einen Kraftmesser übertragen werden, dessen Spannung entsprechend dem veränderlichen Treibdruck fortlaufend so verändert wird, daß der Kolben während der gesamten Dauer des Verkokungsvorganges in seiner ursprünglichen Lage erhalten wird, dad. gek., daß das Hebelgestänge mit einer an ihm befestigten Kontaktzunge zwischen zwei Anschlägen angeordnet ist, bei deren Berührung durch die Kontaktzunge die Stromkreise je eines Relais geschlossen werden, die eine Zugvorrichtung auslösen, die die Spannung des Kraftmessers selbsttätig verändert. Dadurch erübrigt sich eine Bedienungsperson zum Ändern der Spannung des Kraftmessers; dieser wird vielmehr durch die Zugvorrichtung selbsttätig und mit großer Genauigkeit verstellt. Die dabei auftretenden Kräfte werden fortlaufend auf einem Schreibergerät verzeichnet. Weiterer Anspr. u. Zeichn. **Fried. Krupp A.-G.**, Essen. (Erfinder: Dr. H. B. Asbach, Wanne-Eickel.) (D. R. P. 726002, Kl. 10a, Gr. 22₀₆, vom 7. 3. 1939, ausg. 21. 10. 1942.) *Rr.*

Druckhydrierung von Kohlen, Kohleextrakten, Teeren, Mineralölen oder Crackrückständen. Verfahren zur — bei erhöhter Temperatur und unter hohem Druck, insbes. zwecks Gewinnung von asphaltarmem Schweröl, in einer aus Reaktionsgefäß und anschließendem Abscheider bestehenden Vorrichtung, dad. gek., daß man am äußersten Ende oder hinter dem Reaktionsgefäß oder in den Abscheider bis etwa 100° siedende oder gasförmige Kohlenwasserstoffe, die praktisch frei von höhersiedenden Anteilen sind, einführt. — Dadurch läßt sich die Ausbeute an höhersiedenden Ölen in dampfförmigem Zustand erhöhen. **I. G. Farbenindustrie A.-G.**, Frankfurt a. M. (Erfinder: Dr. M. Pier, Heidelberg, und Dr. W. Krönig, Ludwigshafen a. Rh.) (D. R. P. 730049, Kl. 12c, Gr. 1₀₅, vom 15. 3. 1939, ausg. 6. 1. 1943.) *Rr.*

Umwandlung von Methan oder methan-haltigen Gasen in Kohlenoxyd-Wasserstoff-Gemische. Verfahren zur — durch Teilverbrennung mit Sauerstoff, bei dem das methan-haltige Gas abwechselnd den beiden Schächten eines mit Koks gefüllten Zweischachtofens zugeführt und dann am Fuße der Schächte mit dort eingeblasenem Sauerstoff umgesetzt wird, dad. gek., daß ein fester, zur Füllung der Schächte nicht oder wenig geeigneter Zusatzbrennstoff in den Verbindungsraum zwischen den Schächten eingeführt, dort oder — besonders bei Verwendung von Kohlenstaub als Zusatzbrennstoff — in an den Verbindungsraum angeschlossenen Vorverbrennungskammern mit Sauerstoff verbrannt wird und die heißen Verbrennungsprodukte gegebenenfalls mit Sauerstoff-Überschuß dem durch den Zweischachtofen geführten methan-haltigen Gasstrom beigemischt werden. — Man ist daher nicht mehr auf gutstickigen Koks angewiesen, sondern kann billigere Brennstoffe verfeuern. Zeichn. **Gesellschaft für Linde's Eismaschinen A.-G.**, Höllriegelskreuth. (Erfinder: Dr.-Ing. E. Karwat, Pullach.) (D. R. P. 730346, Kl. 12i, Gr. 1₀₁, vom 22. 2. 1940, ausg. 11. 1. 1943.) *Rr.*

XX. Schieß- und Sprengstoffe, Zündwaren

Preßvorrichtung für Spreng- oder Zündladungen, bestehend aus einem beweglichen Pressentisch mit einem festen Widerlager und einer Preßform, die oben durch einen Preßstein und unten durch einen beweglichen Preßstempel abgeschlossen ist, wobei auf dem Pressentisch und unter dem Widerlager Vorsprünge oder Stützen zwecks Anhebung der Preßform zusammen mit dem Preßstempel und zwecks Begrenzung derselben unten und oben angeordnet sind, dad. gek., daß eine Mehrzahl derartiger Preßformen an einem waagrecht angeordneten drehbaren Trägerring frei hängend befestigt sind, parallel zur Drehachse des Trägerringes eine Panzerwand mit zwei Ausschnitten angeordnet ist, durch die der Trägerring mit den Formen hindurchgeht, und daß sich in der Drehrichtung des Trägerringes dahinter eine gleichzeitig mit ersterer in Tätigkeit tretende Ausstoßvorrichtung befindet, während außerhalb der Panzerwand eine Steuervorrichtung für die Bewegung der Presse, der Ausstoßvorrichtung und gegebenenfalls des Trägerringes angeordnet ist. — Dadurch wird die Leistungsfähigkeit der Preßvorrichtungen beim Pressen einzelner Ladungen erheblich gesteigert und gleichzeitig ein zweizeitiges Pressen ermöglicht. 4 weitere Anspr. u. Zeichn. **Westfälisch-Anhaltische Sprengstoff-Act.-Ges. Chemische Fabriken**, Berlin. (Erfinder: Dipl.-Ing. A. Brunnne, Wittenberg Lutherstadt.) (D. R. P. 730343, Kl. 78c, Gr. 20, vom 22. 11. 1939, ausg. 11. 1. 1943.) *Rr.*

GEPLANTES UND BESCHLOSSENES

Die Hersteller von Austausch-Treibstoffen und -Schmierölen in Frankreich wurden zu einer Organisation zusammengeschlossen, u. zw. die Hersteller von Holzkohle für alle Verwendungszwecke, von Holzkohlenbriketts und Generatorholzkohle, flüssigen Brennstoffen, Erdölderivaten (durch Hydrierung, Synthese, Vergärung, Hydrolyse, Destillation von bituminösem Schiefer und Asphaltgestein usw.). (4118)

Eine Stickstoff-Düngemittelfabrik in Finnland mit einer Jahreskapazität von 10000 t Reinstickstoff soll gebaut werden. (4119)

Zur Bewirtschaftung von Motorentreibstoff und Schmiermitteln in Schweden im Kriegsfall wurde von den 6 größten Ölgesellschaften, der Brennstoffkommission und dem sog. Reservevorratsausschuß die „Drivmedelscentralen“ (Treibstoffzentrale) gegründet. (4109)

Eine Forschungsgesellschaft für Metalloxydation in Spanien wurde gegründet unter dem Protektorat der technischen Fakultät der Universität Valencia; sie soll reine Forschungsarbeit leisten, aber auch Rostschutzmaßnahmen verbreiten. Dazu sollen alle einheimischen Arbeiten auf diesem Gebiet veröffentlicht und die ausländischen Arbeiten gesammelt werden. (4106)

Große Eisen-Erz-Vorkommen in Canada, am Steep Rock-See, sollen von der Republic Steel Corp. abgebaut werden. Zunächst sollen 1 Mio. t jährlich gefördert werden, die aber noch auf das Doppelte gesteigert werden sollen. (4105)

Zur Herstellung von künstlichem Eisenoxyd in Brasilien wurde in Rio de Janeiro eine Anlage errichtet. (4115)

Zur Überwachung der Kautschuk-Erzeugung in Brasilien im Amazonas-Gebiet wurde in Rio de Janeiro das Instituto Nacional da Borracha gegründet. (4116)

Zum Aufbau einer Düngemittelindustrie in Columbia setzte die Regierung 500000 Pesos aus, um zunächst die einheimischen Rohstoffe und ihre Verarbeitungsmöglichkeiten zu erforschen. (4117)

Eine Aluminium-Fabrik in Australien soll auf Vorschlag des Kriegskabinetts errichtet werden. (4114)

AUS DER CHEMISCHEN INDUSTRIE UND VERWANDTEN GEBIETEN

Eine neue Wallboard-Fabrik bei Wifsta in Schweden¹⁾ baut der Zellstoffkonzern Wifstavarv in seinen großen Sulfatcellulose-Anlagen, deren Kapazität jährlich 45000 t Cellulose (Produktion 1941: 6000 t) auf die Hälfte gesenkt werden soll. Die schwedische Wallboard-Produktion betrug vor Ausbruch dieses Krieges 120000 t und dürfte zurzeit bei 150000 t liegen. Demnächst will auch die Kramfors A. B. die Erzeugung aufnehmen und Platten mit besonderen Eigenschaften herstellen. Auch eine Reihe anderer schwedischer Gesellschaften plant die Gewinnung von Wallboard. (5129)

Die slowakische Zementerzeugung beträgt rd. 60000 Waggons, die von der Slowakischen Portlandzementfabriken Liet. Lucka-Ladec A.-G. zu 55,7%, der Hornisrner Zementwerke- und Steinbrüche A.-G. in Horne Srnie zu 24,6%, von der Zementfabrik in Stampfen bei Preßburg zu 15% und der Bauxitzementfabrik Ladec A.-G. in Ladec bei Ilava zu 4,7% produziert werden. (5134)

Ein Forschungsinstitut für Photochemie in Spanien wurde mit Hilfe des Höheren Rates für wissenschaftliche Forschung (Consejo Superior de Investigaciones Cientificas) in Tarragona errichtet. Es wird geleitet von den Gebrütern Pujol, die eine überempfindliche Emulsion entwickelt haben, und soll vor allem die industriellen Verwertungsmöglichkeiten dieser Emulsion für photographische Platten für amtliche Zwecke untersuchen. (5104)

Ölschiefer-Vorkommen bei Tanger, Nordafrika, mit einem Ölgehalt von 6% wurden entdeckt. Nach Errichtung einer modernen Anlage sollen zunächst 80 t Schiefer täglich verarbeitet werden. (5107)

Die Salzgewinnung in Canada betrug 1941 560845 (1940 464714) short t. (5115)

Eine neue kontinuierliche Leichtbenzin-Crackanlage in den USA, nahm die Standard Oil Comp. of New Jersey bei Bayway, N. J., in Betrieb. Nach einem neuen Verfahren, das allen bisher üblichen weit überlegen sein soll, werden die Öldämpfe in Gegenwart eines neuen Katalysators (dessen Zusammensetzung wird nicht bekanntgegeben) bei 480—520° und etwa 5 at getrackt, von dem Katalysator abzentrifugiert und fraktioniert. Man erhält Leichtbenzin (Oktanzahl 100) und daneben Kohlenwasserstoffe, die z. T. als Beimischung für Leichtbenzin, z. T. als Ausgangsmaterial für Butadien oder Alkohol dienen können. Der Katalysator wird gereinigt und tritt im Kreislauf wieder in den Prozeß ein. Man plant insges. 33 Raffinerien, die nach diesem Verfahren

arbeiten sollen. 2 davon sind bereits im Bau. — Mit der Herstellung von Benzin mit der Oktanzahl 100 bzw. mit dem Bau von Anlagen dafür sind heute insges. 16 Ölkonzerne in den USA. beschäftigt. (5130)

Zur Brennstoffversorgung Argentiniens unterstützt der Staat (auch finanziell) die Verfeuerung von Leinsaat und die Verwendung von Leinöl als Brenn- und Dieselöl. (5127)

Die Erdölproduktion in Argentinien²⁾ betrug nach statistischen Angaben der Dirección de Minas y Geología 1941 (1940 u. 1939) insges. 3.499757 (3.276496 u. 2.959) Mio. m³. Daran waren der Staat (Y.P.F.) 1941 (1940) mit 2.226800 (1.983252) Mio. m³, die Privatgesellschaften mit 1.272957 (1.293244) Mio. m³ beteiligt. Die Produktion der Comodore Rivadavia betrug 2.498698 (2.380967) Mio. m³, der Salta 298867 (293473) m³, der Plaza Huincul 170308 (202772) m³, der Mendoza 531672 (399279) m³. (5216)

Die Coffein-Erzeugung in Brasilien aus Mate betreiben die Firmen Industrias Reunidas Jaragua S. A. (Santa Catarina) und Soc. Intercambio Mercantil Argentino Brasileiro (São Paulo), u. zw. werden 10 bzw. 60 kg täglich hergestellt. In einer weiteren Anlage der Co. Alves de Productos Quimicos Lda. im Staat Santa Catarina soll ebenfalls Coffein erzeugt werden. (5348)

Die Erdölherzeugung von Venezuela³⁾ wird für 1942 auf 228 Mio. Faß geschätzt, d. h. 23% mehr als 1940. In den letzten Jahren wurden, unterstützt von der Regierung, neue bedeutende Raffinerien im Lande errichtet, an denen amerikanisches und englisches Kapital beteiligt ist. Bis 1940 wurden 96% der Ölproduktion als Rohöl ausgeführt. (5351)

¹⁾ Vgl. diese Ztschr. 14, 210 [1941].

²⁾ Vgl. ebenda 14, 357 [1941]; 15, 174 [1942].

PERSONAL- UND HOCHSCHULNACHRICHTEN

Kriegsauszeichnungen: Dr. habil. H. Lehmann-Echter-nacht, Chemisches Institut der Universität Würzburg, erhielt das E. K. 2. Klasse.

Gefallen: Dipl.-Chem. Dr. phil. nat. E. Kellner, Erster wissenschaftl. Assistent und Stellvertr. Direktor des Instituts für Vorratspflege der Universität Berlin, vor kurzem als Sanitäts-soldat bei einer Gebirgsjägerkomp. im 42. Lebensjahr in Griechenland gestorben. — stud. chem. A. Schertel, Essen, als Leutn. u. Kompanieführer einer schw. Mg.-Komp. am 23. August im 24. Lebensjahr im Osten. — Dr. agr. G. Seeliger, Chemiker der Zuckerfabrik in Kleinwanleben, vor kurzem im Osten. — Dr. rer. techn. W. Tänzler, Apotheker der Chemischen Fabrik E. Merck, Darmstadt, Mitglied des VDCh seit 1938, vor kurzem.

Verliehen: Prof. Dr.-Ing. G. Jayme, Leiter des Instituts für Cellulosechemie und des Instituts für Zellstoff- und Papierchemie der T. H. Darmstadt, die Alexander-Mitscherlich-Denk-münze des Vereins der Zellstoff- und Papier-Chemiker und -Ingenieure im NSBDT für seine Verdienste um die Cellulose- und Faserstoff-Forschung.

Geburtstage: Der Reichsminister für Wissenschaft, Er-ziehung und Volksbildung Dr. B. Rust feierte am 30. September seinen 60. Geburtstag.

Ernannt: Dr.-Ing. habil. E. Brüche, Direktor im For-schungsinstitut der AEG, erhielt unter Ernennung zum Honorar-professor einen Lehrauftrag für Physik, insbes. Elektronenphysik, an der Universität Berlin. — Doz. Dr. phil. habil. B. Drews, Abteilungsleiter am Institut für Gärungsgewerbe und Stärke-fabrikation der Universität Berlin, zum apl. Prof. — Doz. Dr. phil. habil. H. W. Gonell, Königsberg, Direktor des Werkstoffprüfungs-amtes der Provinz Ostpreußen, Vorsitzender der Arbeitsgruppe für Baustoff- und Siliciumchemie des VDCh, zum apl. Prof. für Chemie und Technologie der Baustoffe.

Berufen: Dr.-Ing. habil. A. J. Steinorth, Zwickau, wurde unter Verleihung der Lehrbefugnis für das Sonderkapitel der techn. Chemie der T. H. Dresden zum Dozenten ernannt.

Gestorben: A. Brendel, Techn. Direktor der Süddeutschen Zucker-A.-G., Waghäusel (Baden), am 9. August im Alter von 69 Jahren. — W. Ehlert, Direktor der Zuckerfabrik in Obernjesa b. Göttingen, am 1. September im Alter von 62 Jahren. — Dr. rer. nat. S. Kittel, Chemiker der Dr. Kurt Herberts & Co., Wuppertal-Barmen, Mitglied des VDCh seit 1940, vor kurzem im Alter von 34 Jahren. — W. Klein, Direktor der Amag Hilpert Pegnitzhütte, Nürnberg, am 20. August im Alter von 65 Jahren. — Dr. H. Wüsten-feld, Leiter der Forschungsinstitute für Technologie der Essig-fabrikation sowie für Technologie der Trinkbranntwein- und Likör-fabrikation im Institut für Gärungsgewerbe und Stärkefabrikation, Berlin, am 18. September im Alter von 64 Jahren.

Redaktion: Dr. W. Foerst.

Redaktion: Berlin W 35, Potsdamer Straße 111. Fernsprecher: Sammel-nummer 219501, Nachruf 211606. — Verlag und Anzeigenverwaltung: Verlag Chemie, G. m. b. H., Berlin W 35, Woynschstraße 37. Fernsprecher: Sammelnummer 219736. Postscheckkonto: Verlag Chemie, Berlin 1575.

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit Genehmigung der Redaktion.

³⁾ Vgl. diese Ztschr. 12, 107 [1939].