

Die Kolonnen zur Laboratoriumsdestillation

Eine Übersicht über den Entwicklungsstand der Kolonnen zur Destillation im Laboratorium

8. Mitteilung über Laboratoriumsdestillation¹⁾

Von F. STAGE, Helmstedt

Die Kolonnendestillation im Laboratorium gehört heute zu den wichtigsten Hilfsmitteln des organischen Chemikers, des Ölchemikers und des Betriebsingenieurs. Die Anwendung dieser Trennmethode setzt entgegen der heute noch in weiten Kreisen herrschenden Auffassung eingehende Kenntnisse in theoretischer und praktischer Hinsicht sowie zweckentsprechende Apparaturen voraus. In der vorliegenden Arbeit werden die für die Trennung erforderlichen Rektifizierkolonnen eingehend behandelt. Für jede Kolonnenart kann ein für die Wirksamkeit, den Belastungsbereich, den Kolonneninhalt und den Druckverlust besonders charakteristisches Verhalten angegeben werden. Dementsprechend hat man für die verschiedenen Destillationsaufgaben jeweils die vorteilhafteste Kolonne auszuwählen. Voraussetzung hierfür ist aber, daß man die vorhandenen Möglichkeiten in apparativer und verfahrenstechnischer Hinsicht kennt. Im ersten Teil der Arbeit werden die konstruktiven Belange behandelt, während sich die folgenden Teile mit den verfahrenstechnischen Erfordernissen und Möglichkeiten befassen. Erst durch die Berücksichtigung beider Betrachtungsweisen ist es möglich, wirklich hochleistungsfähige und zweckentsprechende Apparaturen zu entwickeln.

Die Bedeutung der Kolonnendestillation als Trennverfahren im Laboratorium

Die Methode der Stofftrennung durch Destillation gehört heute nicht nur in der Technik, sondern auch im Laboratorium zu den gebräuchlichsten und wirksamsten Trennverfahren. Handelt es sich um die Trennung engsiedender Gemische, so gelangt man mittels einfacher Destillationsverfahren nicht zum Ziele. In diesem Falle muß das jeweils erhaltene Destillat einer weiteren Destillation unterworfen werden, bis der gewünschte Anreicherungsgrad erreicht ist. Wir sprechen von dem Verfahren der fraktionierenden Destillation. Da die einzelnen Destillationen nacheinander ausgeführt werden, erfordert diese Methode sehr viel Zeit. Auch im Hinblick auf den Wärmehaushalt ist das Verfahren unwirtschaftlich, da die erforderliche Verdampfungswärme bei jedem einzelnen Vorgang wieder als Kondensationswärme erscheint, die durch das Kühlwasser abgeführt werden muß. Diese Mängel lassen sich vermeiden, wenn man den Destillationskolonnen mit einer Rektifizierkolonne versieht. Durch die Verwendung von Kolonnen werden nur Zeit und Wärme gespart, sondern außerdem die durch das Umfüllen bedingten Substanzverluste vermieden. Aus wirtschaftlichen Gründen werden diese Vorteile in der Technik schon lange ausgenutzt. Da in der Laboratoriumsarbeit wirtschaftliche Erwägungen meist von untergeordneter Bedeutung sind, hat die Kolonnendestillation hier sehr spät Fuß gefaßt.

Erst als man bei der Lösung neuer Aufgaben im Zuge der Entwicklung der aliphatischen Chemie mit den bisherigen Arbeitsweisen keine befriedigenden Trennergebnisse mehr erzielen konnte, wurde auch im Laboratorium die Kolonnendestillation mehr beachtet. Diese Entwicklung setzte seit etwa 1930 vor allem von Amerika ausgehend ein. Hier trat zuerst in großem Umfang die Aufgabe auf, homologe, engsiedende Gemische — z. B. Kohlenwasserstoff- und Isotopengemische — in die einzelnen Komponenten zu zerlegen. Die Notwendigkeit, mit diesen Problemen fertig werden zu müssen, förderte die Entwicklung außerordentlich. Seit dieser Zeit setzte eine planmäßige Erforschung und Prüfung der Apparate zur Kolonnendestillation im Laboratorium ein. Richtungsweisend waren vor allem die zahlreichen und gründlichen Arbeiten von

W. J. Podbielniak²⁾. Auch vorher sind zum Teil recht wirksame Laboratoriumskolonnen entwickelt worden. Diese Arbeiten sind aber nicht über einen kleinen Kreis hinaus bekannt geworden. Auf die große Bedeutung, die der Laboratoriumsrektifikation als Trennmethode zukommt, ist schon lange vorher von E. Jantzen³⁾ hingewiesen worden, der seit der Mitte der zwanziger Jahre versucht hat, diese Methode weiteren Kreisen zugänglich zu machen. Die Arbeiten wurden nicht genügend beachtet, da zur Lösung der damaligen Probleme im allgemeinen die bisherigen Methoden und Apparate ausreichten. Die von E. Jantzen entwickelten Kolonnen fanden in Deutschland erst über den Umweg über Amerika nach 1930 die ihnen gebührende Beachtung.

Die Entwicklung, die sich seit 1930 in Amerika anbahnte, griff nach Deutschland erst sehr viel später über. Festen Fuß faßte sie erst, als sich die Erzeugung synthetischer Treibstoffe mit Beginn des Krieges voll entfaltete. Es ist daher nicht verwunderlich, daß die für diese Zwecke entwickelten Apparaturen und Verfahren den meisten Chemikern unbekannt blieben, zumal die Herstellerfirmen infolge der kriegsbedingten Schwierigkeiten jeweils nur die einfachsten Modelle und auch diese nur in geringen Stückzahlen liefern konnten.

Eine planmäßige Zusammenarbeit der Fachleute, um zweckentsprechende Laboratoriumskolonnen und deren Zubehörteile zu entwickeln und um die Grundlagen der Laboratoriumsrektifikation bekannt zu machen, setzte erst seit 1942 ein. Schon die ersten Arbeiten zeigten, daß, um den mannigfach auftretenden, unterschiedlichen Destillationsproblemen zu genügen, sehr viele verschiedenartige Gesichtspunkte Berücksichtigung finden müssen. Es ist daher verständlich, daß bisher eine Vielzahl verschiedenartiger Kolonnenformen entwickelt wurden, deren Vor- und Nachteile bisher nur der Fachmann erkennen konnte.

Im Hinblick auf die allgemeine Bedeutung dieses Trennverfahrens wird in der folgenden Arbeit versucht, diese vielen Kolonnenarten nach vernünftigen Gesichtspunkten zu ordnen, damit auch der weniger Eingeweihte in der Lage ist, die für seinen Zweck

¹⁾ 6. Mitteilung: Gg. R. Schultze u. H. Stage: Die Kolonnendestillation im Laboratorium, Grundlagen, Verfahren und Apparate. VDI-Forschungsheft 424, Berlin 1944.

7. Mitteilung: H. Stage u. Gg. R. Schultze: Die grundlegenden Arbeiten über Theorie, Apparate sowie Verfahren der Destillation und Rektifikation. VDI-Verlag, Berlin 1944.

²⁾ W. J. Podbielniak, Refiner natur. Gasoline Manufacturer 8, Nr. 3, 55/60 [1929].
Oil Gas J. 28, Nr. 21 161/66 [1929].
Oil Gas J. 30, Nr. 46 68/69, 119 [1931].
Industr. Engng. Chem., analyt. Edit. 3, 177/88 [1931]; 5, 119/25, 135/42, 172/78 [1933];
23, 639/45 [1941] und weitere Arbeiten.
³⁾ E. Jantzen, diese Ztschr. A 36, 592 [1923]; 39, 675 [1926].
Chemiker-Ztg. 50, 419 [1926].
Dechema-Monographie Nr. 48, Verlag Chemie, Berlin 1932.

erforderliche, beste Destillationsapparatur auszuwählen. Voraussetzung hierfür ist aber, daß man die verschiedenen Möglichkeiten in konstruktiver und verfahrenstechnischer Hinsicht kennt; sie sollen in der vorliegenden Arbeit vermittelt werden. Während im ersten Teil die konstruktiven Gesichtspunkte behandelt werden, finden im zweiten und dritten Abschnitt die verfahrenstechnischen Belange, die für den Einsatz und die Auswahl der Kolonnenapparatur maßgebend sind, Berücksichtigung. In zwei weiteren Arbeiten wird die Frage der Regelung, also insbesondere der Heizung, Rückläuferzeugung und Fahrweise, sowie der Berechnung und des Entwurfs von Laboratoriumskolonnen aufgegriffen.

Die konstruktiven Eigenschaften der Kolonnen zur Laboratoriumsdestillation

Ebenso wie in der Technik so lassen sich auch im Laboratorium verschiedene Kolonnen Typen unterscheiden¹⁾:

1. Füllkörper- oder Benetzungskolonnen,
2. Boden- oder Sprudelkolonnen,
3. Sprühkolonnen.

Zu den Füllkörperkolonnen zählen alle diejenigen Typen, in denen ein zusammenhängender Flüssigkeitsfilm sich an einem zusammenhängenden Gasstrom vorbei bewegt. Dieser Kolonnenart gehören also nicht nur die mit „Füllkörpern“ gefüllten Destillationsrohre an, sondern auch die ungefüllten Destillationskolonnen und die Trennsäulen mit Spiralen oder ähnlichen Körpern. Sie unterscheiden sich lediglich dadurch, daß bei ihnen der Flüssigkeitsfilm und damit auch die Austauschfläche verschieden groß ausgebildet sind. Je kleiner die Austauschfläche bei gleicher Ausbildung der Grenzschichten ausfällt, desto geringer ist damit auch die Wirksamkeit der Säule.

Bei den üblichen Bodenkolonnen werden die auf den einzelnen Böden anstehenden und nur durch Ablaufrohre miteinander verbundenen Flüssigkeitsschichten von einem unzusammenhängenden Gasstrom, also von einzelnen Gasblasen, durchperlt.

Die beiden Phasen lassen sich auch dadurch in innigen Kontakt bringen, daß man die Flüssigkeit sehr fein — am besten als Aerosol — in dem Dampfstrom zerlegt. Das geschieht in den Sprühkolonnen. Der zusammenhängende Gasstrom wird in diesem Falle von unzusammenhängenden Flüssigkeitsteilchen durchsetzt.

Füllkörper- oder Benetzungskolonnen

Nach der Größe des Flüssigkeitsfilms und der Art der Füllung lassen sich hier die folgenden Typen unterscheiden:

1. Ungefüllte Destillationskolonnen,
2. Spiralkolonnen,
3. Kolonnen mit Schüttfüllungen (Füllkörpern),
4. Kolonnen mit Drahtbauten.

Ungefüllte Destillationskolonnen. In dem glatten, geraden Destillationsrohr ist die Phasengrenzfläche und dementsprechend auch der Trenneffekt am kleinsten²⁾. Mit sinkender Destillationsgeschwindigkeit nimmt bei gleichbleibendem Rücklaufverhältnis nach den Ergebnissen von Rose³⁾ die Wirksamkeit dieses Kolonnen Typs bedeutend zu. Da der Säulinhalt — wie bei allen ungefüllten Kolonnen — klein ist, wirken sich Betriebschwankungen sofort auf den Destillationsverlauf aus⁴⁾. Der Kugelaufsatz nach Wurtz⁵⁾, Bild 1, ist entsprechend der größeren Oberfläche wirksamer als das glatte Rohr, hat aber auch einen größeren Säulinhalt¹⁰⁾. Wählt man statt der Kugel die Birnenform nach Young¹¹⁾, Bild 1, so wird der Säulinhalt dadurch wieder verkleinert. Kugel- und Birnenkolonnen werden vor allem zur Destillation schäumender Flüssigkeiten benutzt. Auch in der von Vigreux angegebenen Kolonnenform¹²⁾, Bild 1, wird während der Destillation weniger Flüssigkeit festgehalten als im Kugelaufsatz. Bei der Kolonne nach Vigreux ist das Destillationsrohr abwechselnd mit schräg nach unten gerichteten und geraden Einstichen ringförmig versehen. Die wirksame Oberfläche ist hier größer als in dem Kugelaufsatz.

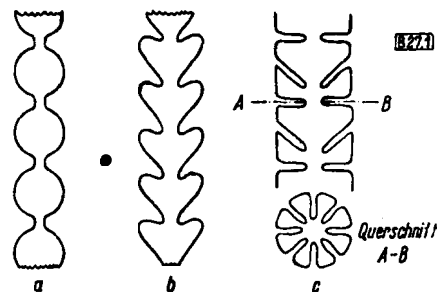


Bild 1

Ungefüllte Kolonnen mit verschiedenen Wandformen
a Wurtz'scher Kugelaufsatz, b Birnenkolonne nach Young, c Vigreux-Kolonne

Die Austauschfläche läßt sich dadurch vergrößern, daß man Dampf und Flüssigkeit im Gegenstrom durch zwei oder mehrere konzentrische Rohre führt. Für die Wirksamkeit dieser sowie auch der später zu besprechenden Mehrfach-Spiralrohr-Kolonnen nach Pranschke und Drescher¹³⁾ ist es entscheidend, daß der Rücklauf über alle Rohre gleichmäßig verteilt wird. Hierauf wird von Brederlow¹⁴⁾ und Bailey¹⁵⁾ besonders hingewiesen. Dadurch werden an die Genauigkeit der Herstellung der Kolonnen große Anforderungen gestellt. Wie Kuhn und Ryffel¹⁶⁾ gezeigt haben, ist die Wirksamkeit einer Kolonne aus zwei konzentrischen Rohren, Bild 2, von denen das innere oben und unten zugeschmolzen ist, um so größer, je kleiner der Abstand beider Rohre und je größer der Durchmesser des inneren Rohres ist. Sie geben für eine derartige Kolonne von 200 cm Länge, 4 mm Abstand der beiden Rohre und 40 mm Durchmesser des inneren Rohres eine Wirksamkeit von über 200 Trennstufen¹⁷⁾ an. Die von Selker, Burk und Lankelma¹⁸⁾ vorgeschlagene Konstruktion nach Bild 3 zeigt bei

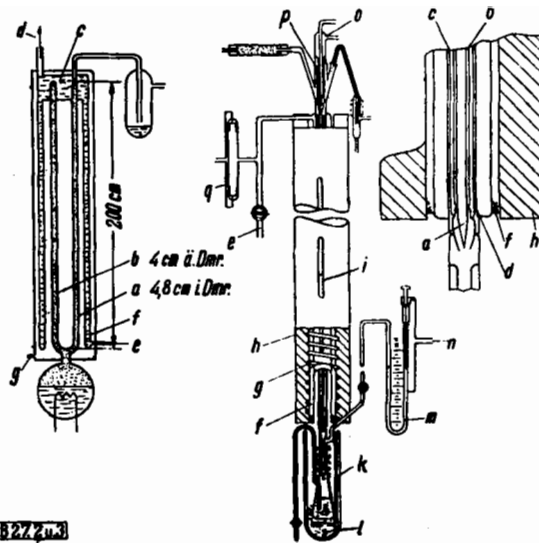


Bild 2 und 3
Kolonnen mit konzentrischen Rohren

Bild 2 (links)

Kolonne nach Kuhn und Ryffel

- | | |
|------------------------------|----------------------|
| a Äußeres Rohr (4,8 cm Dmr.) | e Kühlwasseraustritt |
| b Inneres Rohr (4 cm Dmr.) | f Vakuummantel |
| c Kühlkopf | g Zur Vakuumpumpe |
| d Kühlwassereintritt | |

Bild 3 (rechts)

Kolonne nach Selker, Burk und Lankelma

- | |
|--|
| a bis d Konzentrische Rohre |
| e Vakuumleitung mit Vakuummantel |
| f Luftmantel |
| g Kolonnenheizung |
| h Isoliermasse |
| i Thermometer zur Messung der Manteltemperatur |
| k Dewargefäß |
| l Glaswolle zur Lagerung des Kolbens im Dewargefäß |
| m Kontaktmanometer zur Messung des Kolonnenndruckes |
| n Kontaktanschluß zum Relais zur Steuerung der Verdampfungsgeschwindigkeit |
| o Kühler im Kolonnenkopf |
| p Thermoelement im Kolonnenkopf |
| q Entladungsrohr zur Kontrolle des Vakuums im Vakuummantel |

¹⁾ E. Jantzen: Das fraktionierte Destillieren und das fraktionierte Vertellen als Methoden zur Trennung von Stoffgemischen. Dechema-Monographie Nr. 48, Verlag Chemie, Berlin 1932, S. 11/12.

²⁾ C. v. Rechenberg: Einfache und fraktionierte Destillation in Theorie und Praxis. Selbstverlag Schimmel & Co., Miltitz bei Leipzig (Staackmann, Leipzig), 1923, S. 655 ff.

³⁾ S. Young u. W. Pratt: Theorie und Praxis der Destillation. Verlag Springer, Berlin 1932, S. 149 ff.

⁴⁾ A. Rose, Industr. Engng. Chem., ind. Edit. 28, 1210/12 [1936].

⁵⁾ Siehe Anm. 1.

⁶⁾ A. Wurtz, Ann. Chimie et Physique (III) 42, 129 [1854].

⁷⁾ Siehe Anm. 6, S. 152/53.

⁸⁾ Siehe Anm. 6, S. 153/54; J. chem. Soc. (London) 75, 679/710 [1899].

⁹⁾ J. K. Simons u. E. C. Wagner, J. chem. Educat. 9, 122/41 [1932].

¹⁰⁾ H. Vigreux, Ann. Falsificat. Fraudes 37, 26/28 [1938]; weitere Schrifttumshinweise siehe unter: H. Stager u. G. R. Schultze: Die grundlegenden Arbeiten über Theorie, Apparate sowie Verfahren der Destillation und Rektifikation. Eine Zusammenstellung des Schrifttums aus den Jahren 1929 bis 1944. VDI-Verlag, Berlin 1944, S. 66/67. Auf diese Zusammenstellung wird noch häufiger hingewiesen werden. Wir benutzen deshalb hier die Abkürzung „Lit. S. ...“.

¹¹⁾ Braunkohle-Benzol AG. (Erl.: Pranschke Drescher), D. R. P. 724404 Kl. 42.1, 23. 2. 1940.

¹²⁾ I. Brederlow: Über die Verwendbarkeit der Vakuumdestillation im Laboratorium. Diplomarbeit, T. H.-Braunschweig 1943.

¹³⁾ A. J. Bailey, Industr. Engng. Chem., analyt. Edit. 23, 487/91 [1941].

¹⁴⁾ W. Kuhn u. K. Ryffel, Helv. chim. Acta 26, 1693/1721 [1943].

¹⁵⁾ Die Definition der „Trennstufe“ wird von den Autoren der unter Anm. 16 genannten Arbeit auf S. 1894 ff. gegeben; sie unterscheidet sich von dem Begriff des theoretischen Bodens. Siehe auch: W. Kuhn, Helv. chim. Acta 25, 252/95 [1942].

¹⁶⁾ M. L. Selker, R. E. Burk u. H. P. Lankelma, Industr. Engng. Chem., analyt. Edit. 22, 352/55 [1940].

einer Länge von 150 cm eine Wirksamkeit von ungefähr 97 theoretischen Böden, wenn sie mit 194 cm³/h belastet wird. Die Kolonne enthält vier konzentrische Rohre *a* bis *d*, von denen das innere geschlossen ist; auf diese Weise soll die Rücklaufflüssigkeit gleichmäßig verteilt werden. Auch der *Hahnsche* Aufsatz, dessen ursprüngliche Form in Bild 5 gezeigt wird¹⁹⁾, die temperierte Kolonne nach *Rosanoff* und Mitarbeiter²⁰⁾, sowie der Scheibenaufsatz nach *Young*²¹⁾ und die Mikrokolonne nach *Craig*²²⁾, die in Bild 4 dargestellt ist, sind nach diesem Grundsatz entwickelt worden.

Die Kolonnen nach *Pichard*²³⁾, *Golodetz*²⁴⁾, *Widmer*²⁵⁾ und *Koepfel*²⁶⁾, Bild 6 bis 9, bestehen aus zwei oder mehr konzentrischen Rohren, von denen jeweils das zweite, vierte usw. Rohr antisiphonartig verschlossen ist und oben Löcher enthält, damit der außen aufsteigende Dampf zur Kolonnenmitte und dann in den Kühler geleitet werden kann. Die Wirksamkeit dieser Kolonnen soll der Länge des Dampfweges entsprechen, also ein Vielfaches der Wirksamkeit einer einfachen Kolonne betragen²⁷⁾. Aus theoretischen Erwägungen ist dies jedoch unmöglich.

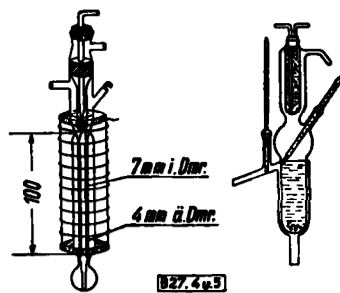


Bild 4 und 5
Kolonne mit konzentrischen Rohren
Bild 4 (links)
Kolonne nach *Craig*
Bild 5 (rechts)
Kolonne nach *Hahn*

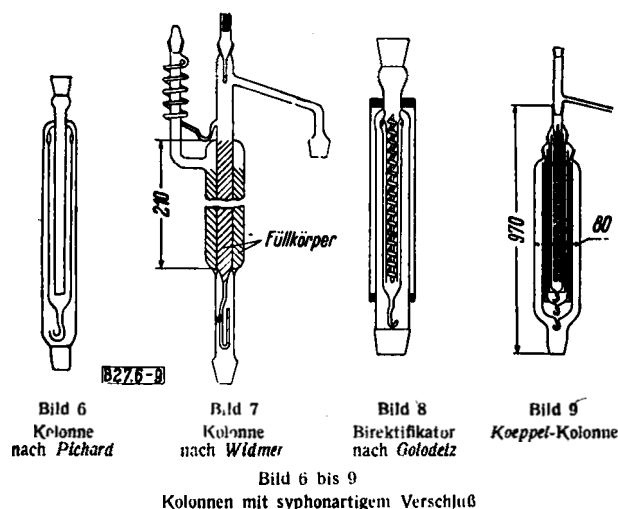


Bild 6
Kolonne
nach *Pichard*
Bild 7
Kolonne
nach *Widmer*
Bild 8
Birektifikator
nach *Golodetz*
Bild 9
Koepfel-Kolonne
Bild 6 bis 9
Kolonnen mit syphonartigem Verschluß

Als grundsätzliche Fehler sind festzustellen²⁷⁾:

1. Durch die höhere Gleichgewichtstemperatur des Gemischs im äußeren Mantelrohr wird das Gemisch in den inneren Rohren überhitzt, so daß sich das Gleichgewicht zwischen Dampf und Kondensat nicht einstellen kann.
2. Aber nicht nur die Kontinuität des Energie-, sondern auch die des stofflichen Austausches ist bei dieser Anordnung gestört: In den Rohren, in denen der Dampf abwärts geführt wird, bewegen sich Dampf und Flüssigkeit im Gleichstrom zueinander. Das widerspricht dem für die Trennwirkung entscheidenden Grundsatz der Gegenstromführung.
3. Schließlich wird die Gleichgewichtseinstellung dadurch gestört, daß durch jeden Siphon Kondensat in den Destillationskolben zurückgeführt wird. Das Kondensat breitet sich also nicht rückläufig zum Dampfweg über die vorausgehenden Rohre aus. Der Kontinuitätsgrundsatz des Gegen-

stromprinzips ist ebenfalls verletzt. Die Verhältnisse liegen hier ähnlich wie bei dem Aufsatz nach *Glinsky*²⁸⁾ (vgl. Bild 19), der dem *Le Bel-Henninger-Aufsatz*²⁹⁾ (vgl. Bild 25) aus dem gleichen Grunde unterlegen ist³⁰⁾.

Bei kleineren Kolonnen dieser Art, so z. B. bei dem im organischen Laboratorium viel gebrauchten *Widmer-Aufsatz* nach Bild 8 von etwa 20 cm Länge, sind die Kühleinflüsse von oben und unten groß genug, so daß sich auch in dem inneren mit einer Spirale gefüllten Teil ein Rücklauf bildet, der nicht durch die überschüssige Wärme der äußeren Rohre wieder verdampft werden kann. Werden lange Kolonnen nach diesem Prinzip gebaut, so muß sich zwangsläufig der Siphon entleeren; der aufsteigende Dampf gelangt dann direkt in den mittleren Kolonnenenteil³¹⁾. Damit entfällt jede Trennwirkung der äußeren Rohre. Sie bewirken jetzt nur eine Vergrößerung des Säuleninhaltes³²⁾.

Zu den ungefüllten Destillationsrohren gehören auch die Spiralkolonnen, deren wesentlicher Bestandteil ein spiralförmig gewickeltes Glasrohr ist. Diese Kolonnenart ist von *Brown*³³⁾, *Ekenberg*³⁴⁾ und *Berlemont*³⁵⁾ zuerst benutzt worden und später von *Jantzen*³⁶⁾, *Davis*³⁷⁾, *Wustrow*³⁸⁾, *Koch* und *Hilberath*³⁹⁾, sowie *Shepherd*⁴⁰⁾ zu großer Vollkommenheit entwickelt worden. Da sie sich nur in Einzelheiten unterscheiden, wird als Typ nur die Konstruktion nach *Koch* und *Hilberath* in Bild 10 gezeigt. Bei 4 cm innerem Windungsdurchmesser und 80 cm Länge der Spirale benötigt man 4 bis 6 m Rohr von 5 bis 6 mm innerem Durchmesser je nach der Ganghöhe der Windungen. Die Ganghöhe

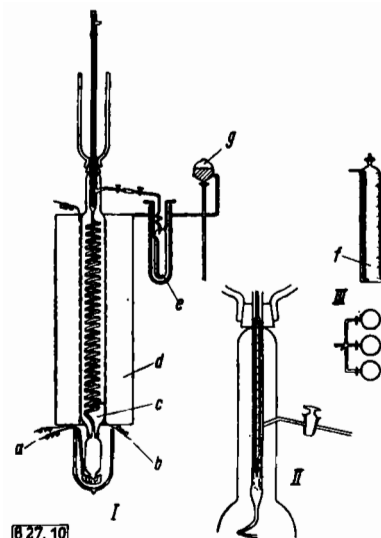


Bild 10
Spiralkolonne für tiefe Temperaturen nach *Koch* und *Hilberath*

- I Gesamtapparat
II Temperaturmeßrohr
III Anordnung der Büretten *f* zum Auffangen gasförmiger Destillatproben
a Kolbenheizung *e* Vorlage für Flüssigkeiten
b Heizung für den Kolonnenmantel *f* Vorlage für Gase
c Vakuummantel *g* Niveaufaß für *f*
d Isoliermasse

wählt man nach der Viscosität und der Oberflächenspannung der zu destillierenden Komponenten. Je weniger viscos und je geringer die Oberflächenspannung des Gemischs bei seiner Siedetemperatur ist, desto kleiner kann die Ganghöhe der Spirale sein, um so länger

¹⁹⁾ A. Hahn, Ber. dtsch. chem. Ges. 43, 419/23 [1910].
²⁰⁾ M. A. Rosanoff u. C. W. Bacon, J. Amer. chem. Soc. 37, 301/7 [1915]; M. A. Rosanoff u. J. F. W. Schulze, J. Amer. chem. Soc. 37, 1072 ff. [1915].
²¹⁾ Siehe unter Anm. 6, S. 151/52.
²²⁾ L. Craig, Industr. Engng. Chem., analyt. Edit. 8, 219/20 [1936]; 9, 441/43 [1937].
²³⁾ G. Pichard, Ann. Sci. agronom. franc. étrangère 44, 358/61 [1928].
²⁴⁾ A. Golodetz, Chem. Industrie 35, 102/08, 141/45 [1912]; siehe auch Anm. 5, S. 710/15.
²⁵⁾ G. Widmer, Helv. chim. Acta, 7, 59/61 [1924].
²⁶⁾ C. Koepfel, Öt u. Kohle, Petroleum 36, 194/96 [1940].
²⁷⁾ G. R. Schultze u. H. Stage: Die Kolonnendestillation im Laboratorium. Grundlagen, Verfahren und Apparate. VDI-Forschungsheft 424, Berlin 1944, S. 13.
²⁸⁾ H. Stage: Die Kolonnendestillation im Laboratorium. Grundlagen, Verfahren und Apparate. Dissertation T. H. Braunschweig 1943.

²⁹⁾ G. Glinsky, Liebigs Ann. Chem. 275, 381/82 [1875].
³⁰⁾ J. A. Le Bel u. A. Henninger, Ber. dtsch. chem. Ges. 7, 1084/87 [1875].
³¹⁾ Siehe Anm. Nr. 6, S. 166.
³²⁾ A. Hanak, Z. Unters. Lebensmittel 70, 394/402 [1935].
³³⁾ Unter „Säuleninhalt“ verstehen wir die allein in der Trennsäule während der Destillation arbeitende Substanzmenge. Siehe hierüber auch Anm. 27.
³⁴⁾ F. D. Brown, J. chem. Soc. (London) 39, 517 ff [1881].
³⁵⁾ M. Ekenberg, Chemiker-Ztg. 16, 958/59 [1892].
³⁶⁾ G. Berlemont, Bull. Soc. Chim. (III) 13, 674/75 [1895]; J. Soc. chem. Ind. 14, 821 [1895].
³⁷⁾ E. Jantzen, diese Ztschr. A. 36, 592 [1923]; 39, 675 [1926]; Chemiker-Ztg. 50, 419 [1928]; siehe auch Anm. 4, S. 55/58.
³⁸⁾ Siehe Anm. Nr. 4, S. 55 ff.
³⁹⁾ H. S. Davis, Industr. Engng. Chem., analyt. Edit. 1, 61/64 [1929].
⁴⁰⁾ W. Wustrow, Z. analyt. Chem. 108, 305/09 [1937].
⁴¹⁾ H. Koch u. F. Hilberath, Brennstoff-Chem. 22, 197/203 [1940]; F. Hilberath: Untersuchungen über die Zusammensetzung des synthetischen Benzins aus Kohlenoxyd und Wasserstoff und die Eignung seiner Monoolefine zur Herstellung von Schmierölen. Diss. Universität Kiel 1940.
⁴²⁾ F. Hilberath, Öt u. Kohle 39, 875/80 [1943]; Techn. Mitt. Haus d. Techn., Essen 36, 97/100 [1943].
⁴³⁾ M. Shepherd, J. Res. nat. Bur. Standards 46, 227/44 [1941].

wird damit bei gegebener Spirallänge das Austauschrohr. Wie bei allen ungefüllten Kolonnen ist der Säulinhalt gering. Aus dem gleichen Grunde erzielt man mit Spiralkolonnen nur bei geringen Dampfgeschwindigkeiten gute Ergebnisse

Die Durchsatzmenge der Spiralkolonne läßt sich dadurch steigern, daß man das Destillationsrohr in mehrere parallel zueinander liegende Spiralkolonnen gleicher Länge aufteilt. Der Wunsch, größere Mengen in annehmbaren Zeiten durchzusetzen, macht es verständlich, daß gerade derartige Modelle besonders häufig in den Betriebslaboratorien der Industrie gefunden werden. Eine solche Kolonne mit drei umeinander gewundenen Spiralen haben sich *Pranschke* und *Drescher* schützen lassen⁴³⁾. Nach den eindeutigen Ergebnissen unseres Laboratoriums bewähren sich derartige Drei- und Vierfach-Spiralkolonnen nicht. Die einfachen Spiralkolonnen sind ihnen an Wirksamkeit beträchtlich überlegen⁴⁴⁾. Wie schon an anderer Stelle erwähnt worden ist, hängt auch bei den Mehrfach-Spiralkolonnen die Wirksamkeit zu einem großen Teil von der gleichmäßigen Flüssigkeitsverteilung über die einzelnen Rohre ab, die offenbar im allgemeinen nicht gewährleistet ist.

Spiralkolonnen. Von den Spiralkolonnen kommt man zwangsläufig zu den Kolonnen, die als Füllkörper eine Spirale oder einen spiralförmig umwickelten Stab enthalten. In beiden Fällen berührt die Kolonnenfüllung die Kolonnenwand, so daß sich der im Aufsatz bildende Rücklauf auf einem spiralförmigen Wege nach unten bewegt. Sie sind eigentlich nichts anderes als Spiralkolonnen mit einem sehr kleinen Windungsdurchmesser. Da der Rohrdurchmesser dieser Kolonnen meist noch kleiner als der der Spiralkolonne gewählt wird, ist die Durchtrittsfläche für den aufsteigenden Dampf und die herabfließende Flüssigkeit sehr viel kleiner als bei den oben besprochenen Kolonnen. Aus diesem Grunde vertragen sie auch nur eine entsprechend geringe Belastung, haben dafür aber auch einen kleineren Säulinhalt.

Dieser Typ ist zuerst von *S. F. Dufton*⁴⁵⁾ beschrieben worden. Da die Kolonne nicht besonders isoliert ist, wird infolge partieller Kondensation die Flüssigkeits- und Dampfmenge nach oben hin geringer; dies berücksichtigt *S. F. Dufton* durch Verwendung einer Progressivspirale, d. h. einer Spirale, deren Ganghöhe nach oben hin abnimmt, Bild 11. Von *Miller*⁴⁶⁾ stammt ein Verfahren zur Herstellung derartiger Spiralen. *A. F. Dufton* gibt schon 1921 an, daß die Wirksamkeit anderer Kolonnentypen, z. B. von Füllkörper- und Bodenkolonnen größer ist als die der Spiralkolonnen⁴⁷⁾. Ebenso wie bei dem glatten Aufsatzrohr lassen sich auch hier nur bei langsamen Verdampfungsgeschwindigkeiten befriedigende Ergebnisse erzielen. Dieser Kolonnentyp ist inzwischen in zahlreichen Arbeiten vor allem in Bezug auf die Wirksamkeit untersucht worden⁴⁸⁾. So geben *Baker*, *Barkenbus* und *Roswell*⁴⁹⁾ für die Spiralkolonne nach *Podbielniak* einen Bodenwert von 13 cm an. Nach *Midgley*⁵⁰⁾ läßt sich die Wirksamkeit der Spiralkolonnen vergrößern, wenn man die Spirale mit einem Carborundum-Überzug verseht. *Ebrey* und *Engelder*⁵¹⁾ haben zur Trennung gasförmiger Kohlenwasserstoffe eine derartige Spiralkolonne benutzt.

Der *Widmer*-Aufsatz⁵²⁾, Bild 8, und die *Koeppel*-Kolonne⁵³⁾, Bild 9, stellen eine Kombination des Birektifikators nach *Golodetz*⁵⁴⁾, Bild 8, bzw. der Kolonne nach *Pichard*⁵⁵⁾, Bild 6, mit der *Dufton*-Spirale⁵⁶⁾ dar. Im äußeren Rohr soll ähnlich wie beim Birektifikator eine Vorfraktionierung stattfinden. Auf die Mängel, die dieser Konstruktion anhaften, ist schon oben hingewiesen worden. Die Übersichtlichkeit des Aufbaus und der relativ geringe Säulinhalt

der *Widmer*-Kolonne erklären die große Verbreitung, die dieser Typ bis in die letzte Zeit gefunden hat, obwohl der Wirkungsgrad außerordentlich gering ist. Leider wird in zahlreichen neueren Arbeiten noch immer die Anwendung der *Widmer*-Kolonne empfohlen⁵⁷⁾, ⁵⁸⁾. Nur an wenigen Stellen finden sich Hinweise auf ihre Nachteile⁵⁹⁾, ⁶⁰⁾, ⁶¹⁾.

Kolonnen mit Schüttfüllungen (Füllkörpern). Die Laboratoriumskolonnen mit Füllkörpern sind direkt in Anlehnung an die entsprechenden technischen Kolonnen entwickelt worden. Die erste technische Füllkörperkolonne hat *Robert Ilges* 1873 gebaut⁶²⁾. Nur wenige Jahre später hat *Hempel*⁶³⁾ diesen Gedanken auf Laboratoriumskolonnen übertragen; als Füllkörper benutzte er Glasperlen.

Die Größe der Phasenaustauschfläche einer Füllkörpersäule und damit ihre Wirksamkeit hängt von der Gestalt der Füllkörper und der Kolonnenwand ab. Sie sollen so beschaffen sein, daß sich der Rücklauf und der aufsteigende Dampf gleichmäßig über die Kolonnenlänge und über den Querschnitt hin verteilen.

Bei glatter Säulenwand sind die an die Wand anliegenden Füllkörper ziemlich regelmäßig gelagert⁶⁴⁾. Hierdurch wird der Rücklauf, der einmal an die Kolonnenwand gelangt ist, nicht wieder zur Kolonnenmitte befördert. Bei einer oben gleichmäßigen Verteilung der Flüssigkeit über den Säulenquerschnitt sammelt sich mit zunehmender Rieselhöhe der Rücklauf bevorzugt am Rande an⁶⁵⁾; diese Erscheinung bezeichnet man als die „Randgängigkeit“ des Rücklaufs⁶⁶⁾. Während nun die Flüssigkeit bevorzugt am Rande herunterfließt, wird der Dampf besonders in der Mitte hochsteigen, da er hier den geringsten Widerstand findet. Dampf und Flüssigkeit können also nur ungenügend in Austausch miteinander kommen. Dieser Fehler wirkt sich um so mehr aus, je größer der Durchmesser von Kolonne und Füllkörper ist⁶⁷⁾. Bei Laboratoriumskolonnen von 20 mm Durchmesser und weniger kann sich im allgemeinen nicht das für technische Kolonnen typische Verteilungsprofil des Rücklaufs ausbilden. In solchen Kolonnen wird die Flüssigkeit über den Querschnitt ziemlich gleichmäßig verteilt sein. Mit steigendem Kolonnendurchmesser nähern sich die Verhältnisse denen in technischen Kolonnen. In technischen Kolonnen sucht man diesen Fehler durch besondere Schüttverfahren⁶⁸⁾ oder durch den Einbau von Verteilungsböden⁶⁹⁾ zu beheben,

in Laboratoriumskolonnen durch eine besondere Ausbildung der Kolonnenwand sowie der Füllkörperform und -größe. Nach den Untersuchungen von *Stürmann*⁷⁰⁾ hat sich für halbertechnische Kolonnen mit einem Säulendurchmesser von etwa 80 mm der Einbau von schmalen Verteilungsringen nach Bild 12 sehr bewährt. Diese Trichterbleche haben die halbe Breite eines Füllkörpers und sind in Abständen, die 15mal und mehr als die Füllkörperlänge betragen, an der Kolonnenwand angebracht. Eine unregelmäßige Lagerung der Füllkörper und damit eine bessere Verteilung der Flüssigkeit über den Querschnitt soll auch durch die Ausbildung der Kolonnenwand nach *Grosse-Oetringhaus*⁷¹⁾ erreicht werden.

⁴⁷⁾ *O. Agde* u. *E. Kahles*, Öl u. Kohle, 40, [1944].

⁴⁸⁾ *K. Bernauer*: Einführung in die organische chemische Laboratoriumstechnik. Verlag Springer, Wien 1942, S. 96.

⁴⁹⁾ *L. Gattermann* u. *H. Wieland*: Die Praxis des organischen Chemikers. 23. Aufl. Verlag W. de Gruyter, Berlin und Leipzig 1942, S. 15.

⁵⁰⁾ *O. Desbaigne*, Rev. chim. ind. monit. Sci. Quesneville 46, 292/99 [1937].

⁵¹⁾ Siehe Anm. 27.

⁵²⁾ *A. A. Morton*: Laboratory technic in organic chemistry. Verlag McGraw Hill, New York und London 1938, S. 85.

⁵³⁾ Siehe Anm. 5, S. 683.

⁵⁴⁾ *W. Hempel*, Z. analyt. Chem. 80, 502/03 [1881].

⁵⁵⁾ *O. H. Stürmann*: Leistungssteigerung von Füllkörpersäulen durch neue Wandformen. Diss. Universität Hamburg, 1937, S. 117.

⁵⁶⁾ *E. Kirschbaum*: Destillier- und Rektifizierertechnik. Verlag Springer, Berlin 1940, S. 243.

⁵⁷⁾ Siehe Anm. 66, S. 247 Anm. 1.

⁵⁸⁾ Siehe Anm. 15, S. 490.

⁵⁹⁾ Lit. S. 62/63.

⁶⁰⁾ Siehe Anm. 66, S. 244.

⁶¹⁾ Siehe Anm. 65, S. 11 ff.

⁶²⁾ *H. Macura* u. *H. Grosse-Oetringhaus*, Brennstoff-Chem. 19, 437/39 [1938]. Öl u. Kohle, Erdöl u. Teer 15, 591/600 [1939].

⁴⁴⁾ Siehe Anm. 13.

⁴⁵⁾ Siehe Anm. 14.

⁴⁶⁾ *S. F. Dufton*, J. Soc. chem. Ind., Chem. & Ind. 38, 45/46 T. [1919].

⁴⁷⁾ *O. Miller*, Bull. Soc. chim. Belgique 43, 279/86 [1934].

⁴⁸⁾ *A. F. Dufton*, J. chem. Soc. (London) 119, 11, 1908/94 [1921].

⁴⁹⁾ Weitere Zitate siehe Lit. S. 67/68.

⁵⁰⁾ *R. H. Baker*, *Ch. Barkenbus* u. *C. A. Roswell*, Industr. Engng. Chem. analyt. Edit. 22, 468/71 [1940].

⁵¹⁾ *Th. Midgley*, Industr. Engng. Chem., analyt. Edit. 1, 86 [1929].

⁵²⁾ *O. O. Ebrey* u. *C. H. Engelder*, Industr. Engng. Chem. ind. Edit. 23, 1033/35 [1931].

⁵³⁾ Siehe Anm. 25.

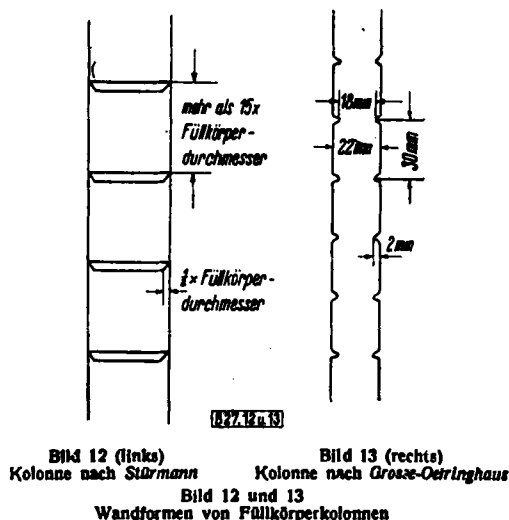
⁵⁴⁾ Siehe Anm. 26.

⁵⁵⁾ Siehe Anm. 21.

⁵⁶⁾ Siehe Anm. 23.

⁵⁷⁾ Siehe Anm. 45.

Grosse-Oetringhaus versteht das Destillationsrohr von 22 mm Durchmesser in 3 cm Abstand mit ringförmigen Einschnürungen von 2 mm Tiefe⁷³⁾, Bild 13. Da bis zu einem gewissen Kolonnendurchmesser die Flüssigkeit unabhängig von der Rieselhöhe ziemlich gleichmäßig über den Querschnitt verteilt ist, erhebt sich die Frage, von welchem Kolonnendurchmesser ab man mit der Wandform nach *Grosse-Oetringhaus* bessere Ergebnisse erzielt als mit glatter Kolonnenwand. Das Ausmaß des Einflusses, das solche und ähnliche Formgebungen auf die Wirksamkeit ausüben, wird zur Zeit noch von uns untersucht.



In besonderem Maße wird die Filmbildung durch die Größe, Art und Form der Füllkörper beeinflusst. Damit der Rücklauf sich als dünner Film über die Füllkörper ausbreitet und nicht in Form von Flüssigkeitsströmen nach unten fließt, darf das Verhältnis von Kolonnen- zu Füllkörperdurchmesser nicht zu klein gewählt werden. *Kirschbaum* und *Welmann*⁷⁴⁾, ⁷⁵⁾ geben für technische Kolonnen das Mindestverhältnis mit 10:1 und als Durchschnittswert das Verhältnis 20:1 an. *W. Fischer*⁷⁶⁾ schlägt neuerdings sogar den Wert 40:1 vor. Nach unseren Ergebnissen gelten diese Bedingungen in gleicher Weise auch für Laboratoriumskolonnen. Man darf allerdings das Verhältnis auch nicht zu groß, d. h. die Füllkörper zu klein, wählen, weil sonst der Strömungswiderstand und damit der Druckverlust so groß wird, daß zu wenig durchgesetzt werden kann. Die Laboratoriumskolonnen haben im allgemeinen einen Durchmesser von 20 bis 30 mm. Die Füllkörper sollen also möglichst kleiner als 2–3 mm in Länge und Breite sein. Die üblichen Füllkörper für Laboratoriumszwecke, Raschigringe, Glasperlen oder eingängige Wendel aus Glas bzw. Porzellan lassen sich nur sehr schwer kleiner als 4 mm herstellen und haben im allgemeinen eine Länge von 5 bis 6 mm. Sie sind also für Laboratoriumszwecke viel zu groß. Für den Bodenwert einer solchen Kolonne erhält man nach unseren Versuchen⁷⁷⁾ im günstigsten Falle etwa 4 cm. Werden Wendel aus V2A- oder Stahldraht in richtiger Dimensionierung benutzt, sog. „Braunschweiger Wendel“⁷⁸⁾, so lassen sich Bodenwerte von weniger als 1,5 cm erzielen⁷⁹⁾.

Die Form der Füllkörper muß so gewählt werden, daß für gleiche Betriebsbedingungen, wie z. B. Druckverlust und Filmdicke, die größte Austauschfläche erzielt wird. Für technische Kolonnen sind die mannigfaltigsten Füllkörperarten vorgeschlagen worden, von denen die meisten wegen des hohen Herstellungspreises nur für ausgewählte Zwecke Verwendung finden können.

⁷³⁾ Siehe Anm. 27, 8.
⁷⁴⁾ Siehe Anm. 66, S. 243, 247.
⁷⁵⁾ *M. Welmann*: Untersuchungen über die Rektifikation in Füllkörperkolonnen. Beih. Z. Ver. dtsh. Chemiker; Auszug: Chem. Fabrik 6, 411/13 [1933].
⁷⁶⁾ Nach einer privaten, bisher unveröffentlichten Mitteilung von Herrn Direktor *W. Fischer* (Ges. f. Teerverwertung, Duisburg-Meiderich).
⁷⁷⁾ Diese Versuche sind in unserer Laboratorium im Frühjahr 1944 von Herrn *Ackermann* im Rahmen einer Diplomarbeit durchgeführt worden. Es sind dreizehn verschiedene Füllkörperarten auf die Abhängigkeit der Wirksamkeit von der Belastung untersucht worden. Über die Ergebnisse dieser Arbeit berichtete Herr Prof. *G. R. Schultze* auf der Apparatebautagung in Ettlingen am 25. 9. 1947.
⁷⁸⁾ Die „Braunschweiger Wendel“ werden aus V2A- oder Stahldraht von 0,25 mm Dmr. gewickelt. Der Windungsdurchmesser und die Länge betragen 2 mm, wobei sich die Windungen berühren. Die Herstellung hat die Firma A. Pfeiffer in Wetzlar übernommen.
⁷⁹⁾ Siehe Anm. 77, bisher unveröffentlicht.

Am häufigsten werden auch heute noch Ringe nach *Raschig*⁸⁰⁾, *Prym*⁸¹⁾ und *Lessing*⁸²⁾, sowie Satteltkörper nach *Berl*⁸³⁾ benutzt. Poröses Schüttgut eignet sich nicht als Füllmaterial, da die aufgesogene Flüssigkeit infolge der starken Kapillarwirkung nicht oder nur langsam am Austausch teilnimmt. Während die Technik aus Gründen der Wirtschaftlichkeit hauptsächlich einfache Füllkörper verwendet, kommen einfache Füllkörper für Laboratoriumskolonnen vornehmlich wegen der kleinen Dimensionen in Betracht. Außer den in der Technik gebräuchlichen verwendet man hier noch Glaskugeln [matt oder poliert⁸⁴⁾, Wendelstücke aus Glas⁸⁵⁾, ⁸⁶⁾, ⁸⁷⁾, ⁸⁸⁾ oder Metall⁸⁹⁾, ⁹⁰⁾, Metallketten und Kettenglieder⁹¹⁾, ⁹²⁾ sowie Drahtfüllkörper besonderer Formgebung⁹³⁾, von denen in Bild 14 eine Anzahl wiedergegeben ist. Nach den eingehenden Untersuchungen von *Fenske* und Mitarbeitern⁹⁴⁾ weisen einfach gewundene Drahtspiralen, „single turn helices“, die größte Wirksamkeit auf. Mit ihnen kommen die Autoren auf einen Bodenwert von 2 cm. Sie zeigen außerdem, wie wichtig die Frage ist, ob die Füllkörper vor Beginn der Destillatabnahme benetzt oder unbenetzt sind. Wir können diese Ergebnisse in jeder Weise bestätigen⁹⁵⁾, kommen darüber hinaus aber zu weiteren Erkenntnissen, über die wir an anderer Stelle berichten⁹⁶⁾. *Fuchs* und *Roth*⁹⁷⁾, ⁹⁸⁾ haben kleine Holzstücke als Füllkörper benutzt und erzielen damit gute Ergebnisse, obwohl eigentlich die Porosität aus den oben erwähnten Gründen stören sollte. Sie machen allerdings keine Angaben über die Geschwindigkeit der Gleichgewichtseinstellung. *Hall* und *Bachmann*⁹⁹⁾ füllen ihre Kolonnen mit Siliciumcarbid. Auch diese Kolonnen zeigen einen guten Wirkungsgrad. Bei einer Belastung von 4500 cm³/h kommen sie für eine Kolonne von 31,5 mm Durchmesser auf einen Bodenwert von 7,6 cm. In neuerer Zeit haben sich nach einem Vorschlage von *Sigwart*¹⁰⁰⁾ Raschigringe aus Drahtnetz sehr bewährt. Leider liegen in der Literatur bisher keine Ergebnisse mit diesem Füllmaterial vor. Lessingringe von 5 × 5 mm aus 80-Maschen-Kupferdrahtnetz sind dagegen schon 1932 von *Whitemore* und *Lux* benutzt worden¹⁰¹⁾. Weiterhin hat neuerdings *Mc Mahon*^{102a)} Berl-Sattelfüllkörper aus Drahtnetz vorgeschlagen. Die Wirksamkeit dieser Füllung ist eingehend von *Forsythe*, *Stack*, *Wolf* und *Conn*^{102b)} untersucht worden.

Kolonnen mit Drahteinbauten. *Stedman*¹⁰⁴⁾ gibt eine Kolonnenfüllung aus Drahtnetzen an, die sich als besonders wirkungsvoll erwiesen hat. Gewölbte Drahtnetze werden paarweise wie die Schalen geschlossener Muscheln aufeinander gesetzt, Bild 16. Diese Muscheln werden eng übereinander in ein Kolonnenrohr eingepaßt. Der aufsteigende Dampf bewegt sich durch die in den Drahtnetzen an gegenüberliegenden Stellen angebrachten Löcher schlangenförmig nach oben. Diese Anordnung gewährleistet die gleichmäßigste Flüssigkeitsverteilung über den Querschnitt: Die Drahtnetze werden beiderseitig benetzt und bilden so eine beson-

⁸⁰⁾ *F. Raschig*, D. R. P. 292622 v. 6. 5. 1915, ausg. 16. 6. 1916.
⁸¹⁾ *Prym & Co.*, D. R. P. 317166 Kl. 12e v. 14. 2. 1918, ausg. 12. 12. 1919.
⁸²⁾ *R. Lessing*, J. Soc. chem. Ind. 40, T. 115/19 [1921]; Chem. News 229 [1921], E. P. 139880.
⁸³⁾ *E. Berl*, D. R. P. 522572.
Siehe auch: *B. Waaser*, Chem. Apparatur 20, 183 [1933].
⁸⁴⁾ Nach unseren Versuchen (siehe Anm. 77) übt die Mattierung einen Einfluß auf die Wirksamkeit aus.
⁸⁵⁾ *C. D. Wilson*, *G. T. Parker* u. *K. C. Laughlin*, J. Amer. chem. Soc. 55, 2795/96 [1933].
⁸⁶⁾ *E. E. Roper*, *G. F. Wright*, *J. R. Ruhoff* u. *W. R. Smith*, J. Amer. chem. Soc. 57, 954/56 [1935].
⁸⁷⁾ *W. G. Young* u. *Z. Jasaitis*, J. Amer. chem. Soc. 58, 377 [1936].
⁸⁸⁾ *W. W. Stewart*, Industr. Engng. Chem., analyt. Edit. 8, 451/52 [1936].
⁸⁹⁾ *R. W. Price* u. *W. C. McDermott*, Industr. Engng. Chem., analyt. Edit. 11, 289/90 [1939].
⁹⁰⁾ *M. R. Fenske* u. Mitarb., Industr. Engng. Chem., ind. Edit. 26, 1169/77 [1934], 29, 957/58 [1937], 30, 297/300 [1938].
⁹¹⁾ *M. R. Fenske*, A. P. 2037 317 v. 14. 4. 1936.
⁹²⁾ Siehe Anm. 72.
⁹³⁾ *C. O. Tongberg*, *D. Quiggle* u. *M. R. Fenske*, Industr. Engng. Chem., ind. Edit. 28, 201/04 [1936].
⁹⁴⁾ *S. T. Schickelanz*, Bur. Standards J. Res. 11, 80/92 [1933].
⁹⁵⁾ *M. J. Marshall*, *F. Walker* u. *D. H. Baker*, Canad. J. Res. Sect. B 15, 1/6 [1937].
⁹⁶⁾ *M. R. Fenske*, *D. Quiggle* u. *C. O. Tongberg*, Industr. Engng. Chem., ind. Edit. 28, 1169/77 [1934].
⁹⁷⁾ Siehe Anm. 27, S. 8 und S. 19, Abb. 40.
⁹⁸⁾ Siehe Anm. 77.
⁹⁹⁾ *O. Fuchs* u. *F. H. Roth*, Chem. Fabrik 11, 401/06 [1938].
¹⁰⁰⁾ *O. Fuchs*, Z. Ver. dtsh. Ing., Beih. Verfahrenstechn. 1939, 167.
¹⁰¹⁾ *H. J. Hall* u. *G. R. Bachman*, Industr. Engng. Chem., ind. Edit. 28, 57/59 [1936], analyt. Edit. 10, 548/49 [1938].
Siehe auch: *R. J. Hartmann* u. *D. B. Jung*, Proc. Indiana Acad. Sci. 46, 118/23 [1937].
^{102a)} Nach einer Privatmitteilung von *K. Sigwart*.
^{102b)} *F. G. Whitemore* u. *A. L. Lux*, J. Amer. chem. Soc. 54, 3448/54 [1932].
^{103a)} *H. O. Mc Mahon*, Industr. Engng. Chem. ind. Edit. 30, 712/14 [1947].
^{103b)} *W. L. Forsythe Jr.*, *T. G. Stack*, *J. E. Wolf* u. *A. L. Conn*, Industr. Engng. Chem. ind. Edit. 39, 714/18 [1947].
¹⁰⁴⁾ *D. F. Stedman*, Canad. J. Res. Sect. B 15, 381/400 [1937]; weitere Schrifttumshinweise siehe Lit. S. 74/75.

ders große und zugleich auch dünne Austauschschicht. Überdies befindet sich der Dampfstrom in turbulenter Bewegung, so daß die Grenzschicht Dampf—Flüssigkeit, die die Austauschgeschwin-

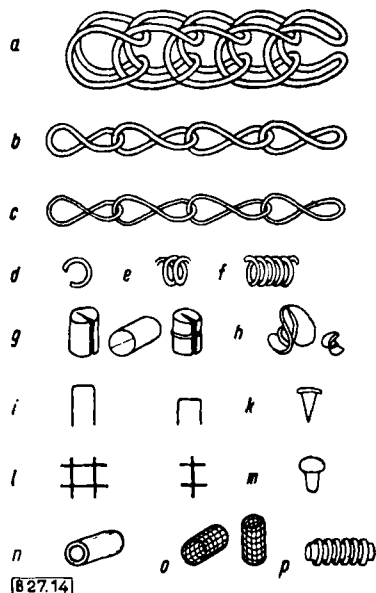


Bild 14
Verschiedene Füllkörperarten

- | | |
|--|------------------------------|
| a Doppelgledkette | i Krampenfüllkörper |
| b, c Ketten mit einfachen Kettengliedern | k Nagelfüllkörper |
| d Eingängige Metallschraube | l Quadrat- und Doppelkreuz- |
| e Zweigängige Metallschraube | Drachtfüllkörper |
| f Mehrgängige Metallschraube | m Nietfüllkörper (mit Spalt) |
| g Prymrings ohne und mit Wulst | n Glas-Raschigring |
| h Berl-Sattel-Füllkörper | o Drahtnetz-Raschigring |
| | p Metallball |

digkeit entscheidend beeinflußt, sehr dünn ist. Bragg¹⁰⁵⁾ gibt für die Laboratoriumskolonne nach Stedman einen Bodenwert von 1,07 cm bei einer Rücklaufgeschwindigkeit von 168 cm³/h an. Der Säuleninhalt ist größer als bei ungefüllten Kolonnen aber kleiner als bei Füllkörperkolonnen. Die Belastbarkeit der Stedman-Kolonnen ist gut.

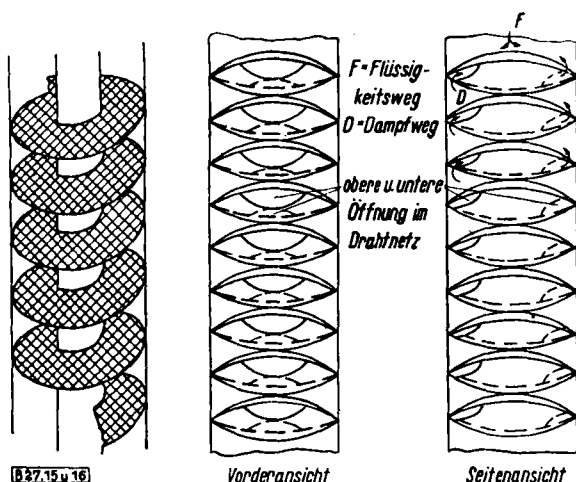


Bild 15 (links) Siebspiralenfüllung nach Lecky und Ewell
Bild 16 (Mitte und rechts) Konische Drahtnetzfüllkörper nach Stedmann
Bild 15 und 16 Drahtnetz-Füllungen

Eine weitere sehr wirksame Kolonne des hier besprochenen Typs wird von Lecky und Ewell¹⁰⁶⁾ beschrieben, Bild 15. Zwischen zwei konzentrischen Rohren befindet sich eng an den Rohren anliegend eine Spirale aus Drahtnetz. Wie bei der Kolonne nach Stedman breitet sich auch hier auf beiden Seiten des Drahtnetzes ein dünner Flüssigkeitsfilm aus. Da der aufsteigende Dampf in diesen Kolonnen nur einen geringen Druckverlust erfährt, eignet sich dieser Kolonnentyp hervorragend zur Vakuumdestillation. Hierauf wird in einer Arbeit von Stallcup, Fugitt und Hawkins¹⁰⁷⁾, in der gleichzeitig Angaben über das Herstellungsverfahren für die

Spirale enthalten sind, hingewiesen. Wirksamkeit, Belastbarkeit und Säuleninhalt liegen in der gleichen Größenordnung wie bei der Kolonne nach Stedman.

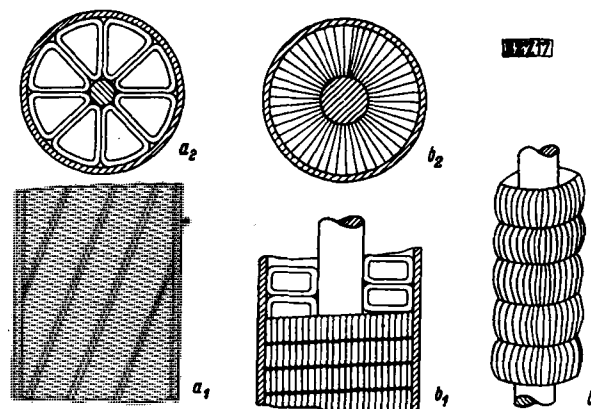


Bild 17
Heligrid-Füllungen nach Podbielniak

Kürzlich hat Podbielniak¹⁰⁸⁾ eine außerordentlich wirksame Drahtfüllung vorgeschlagen. Sie besteht, wie Bild 17 zeigt, aus Drahtspiralen, die zwischen zwei konzentrischen Rohren, von denen das innere wie bei den Kolonnen nach Kuhn und Craig¹⁰⁹⁾ oben und unten geschlossen ist, spiralförmig aufgewickelt werden. Damit die rücklaufende Flüssigkeit nicht an der Kolonnenwand herunterlaufen kann, müssen die Spiralen ebenso wie die Drahtnetze in den vorher erwähnten Kolonnen dicht an der Kolonnenwand anliegen. Dadurch wird die Herstellung dieser Kolonnen schwierig. Die Wirksamkeit und der Säuleninhalt dieser „hell-grid“-Füllung liegen noch günstiger als bei den Kolonnen nach Stedman sowie Lecky und Ewell. Bei einer Belastung von 120 cm³-Rücklauf je Stunde beträgt der Bodenwert 0,56 cm, wobei auf jeden theoretischen Boden ein Flüssigkeitsinhalt von nur 0,06 cm³ kommt.

Boden- oder Sprudelkolonnen

Gut arbeitende Bodenkolonnen müssen den folgenden Bedingungen genügen:

1. Der aufsteigende Dampf muß in innigen Kontakt mit der herabfließenden Flüssigkeit kommen. Dies wird durch die Ausbildung einer Sprudel- und Schaumschicht begünstigt.
2. Die Flüssigkeit soll kontinuierlich im Gegenstrom zum Dampf von oben nach unten fließen. Auf den einzelnen Böden von Laboratoriumskolonnen tritt im allgemeinen eine Diskontinuität ein: Wegen der geringen Dimensionen kann es nicht vermieden werden, daß sich die Flüssigkeit auf den einzelnen Böden durchmischt, so daß auf den einzelnen Böden keine Flüssigkeitsführung erreicht werden kann.
3. Die Bodenflüssigkeit muß genügend hoch stehen, damit der durchperlende Dampf Zeit zum Austausch hat. Trotzdem soll auf jedem Boden möglichst wenig Flüssigkeit arbeiten. Bei langsamen Verdampfungs geschwindigkeiten ist die Höhe der Flüssigkeitsschicht die Hauptursache für den Druckverlust des Dampfes.
4. Um das Gleichgewicht in der Kolonne bei Heizungsschwankungen oder nach Abschaltung der Heizung nicht zu stören, darf die auf den einzelnen Böden verbleibende Flüssigkeit nicht siphonartig abgehoben werden¹¹⁰⁾.
5. Die Rücklaufrohre für die Flüssigkeit sollen die gleiche Temperatur haben wie der Hauptteil der Säule. Sie müssen sich deshalb ebenso wie bei technischen Kolonnen innerhalb der Säule befinden¹¹¹⁾.

Bei der folgenden Besprechung der bisherigen Modelle werden diese Gesichtspunkte besonders berücksichtigt.

Kolonnen mit Siebböden. In der ältesten Bodenkolonne für Laboratoriumszwecke, dem Linnemannschen Aufsatz¹¹²⁾, Bild 18, bestehen die Böden aus Platindrahtnetzen ohne Rücklaufrohre, so daß die Böden diskontinuierlich entleert werden müssen. Im Laufe der Jahre ist diese Bodenform wesentlich verbessert wor-

¹⁰⁵⁾ L. B. Bragg, Trans. Amer. Inst. chem. Engr. 37, 19/50 [1941].

¹⁰⁶⁾ H. S. Lecky u. R. H. Ewell, Industr. Engng. Chem., analyt. Edit. 32, 544/47 [1940].

¹⁰⁷⁾ W. D. Stallcup, R. E. Fugitt u. J. E. Hawkins, Industr. Engng. Chem., analyt. Edit. 34, 503/05 [1942].

¹⁰⁸⁾ W. J. Podbielniak, Industr. Engng. Chem., analyt. Edit. 33, 639/45 [1941].

¹⁰⁹⁾ Siehe Anm. 16 und 22.

¹¹⁰⁾ J. H. Bruun, Industr. Engng. Chem., analyt. Edit. 31, 212/13 [1939].

¹¹¹⁾ Siehe Anm. 6, S. 166.

¹¹²⁾ E. Linnemann, Liebigs Ann. Chem. 160, 195/2 [1871].

den¹¹³⁾, ¹¹⁴⁾, ¹¹⁵⁾, Bild 19 bis 21. *Desseigne*¹¹⁶⁾, Bild 22, *Groll* und *Oldershaw*¹¹⁷⁾/¹¹⁸⁾, Bild 23, sowie *Sigwart*¹¹⁹⁾, Bild 24, haben derartige Kolonnen ganz aus Glas konstruiert. In den beiden zuletzt angegebenen Kolonnen sind die Böden fest mit dem Kolonnenrohr verschmolzen, während bei dem Modell nach *Desseigne* die einzelnen Böden in das Kolonnenrohr eingeschoben werden. Die beiden ersten Kolonnen sind für Durchsätze von 1 bis 2 l/h gedacht.

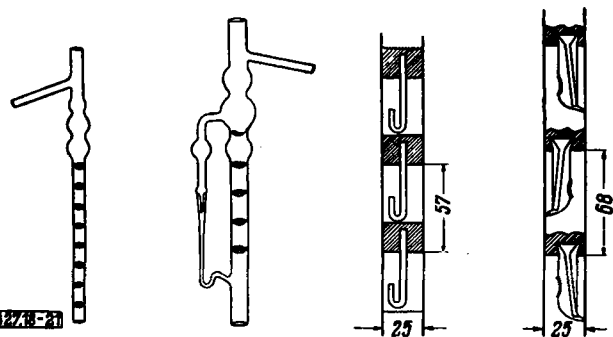
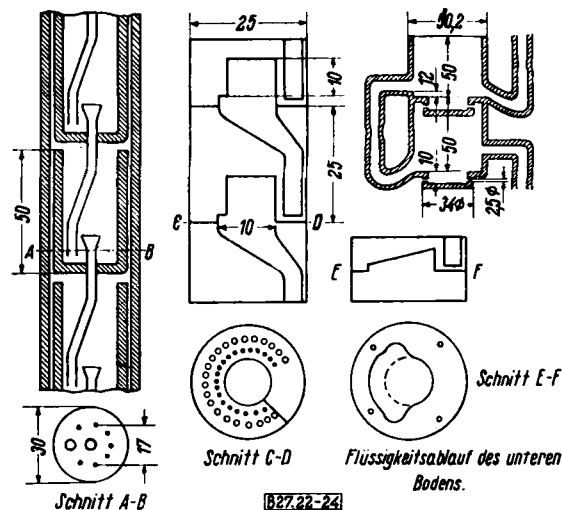


Bild 18 Linnemann-Aufsatz
Bild 19 Olinsky-Aufsatz
Bild 20 Kolonne nach O. Dupon
Bild 21 Kolonne nach S. Palkin
Bild 18 bis 21
Ältere Siebboden-Konstruktionen für das Laboratorium

Die Kolonne nach *Sigwart* verträgt höhere Belastungen, hat aber einen entsprechend größeren Säulinhalt. Bei großen Durchsätzen spielen die Wärmeverluste verglichen mit der im Kolben zugeführten Wärmemenge eine geringe Rolle; der Nachteil der außen angebrachten Rücklaufrohre fällt damit weniger ins Gewicht. Bei einem Kolonnendurchmesser von 50 mm wäre eine zwangsläufige Flüssigkeitsführung auf den einzelnen Böden denkbar, so daß Bodenwirkungsgrade von 100% und darüber, wie sie von *Sigwart* angegeben werden¹²⁰⁾, erreicht werden könnten. *Oldershaw* ermittelt für seine Bodenkolonne einen Bodenwert von 2,6 cm bei einer Rücklaufgeschwindigkeit von 540 cm³/h. Der Wirkungsgrad eines Siebbodens hängt im wesentlichen von der Aufteilung der Siebplatte ab¹²¹⁾. Je kleiner die aufsteigenden Bläschen sind, desto schneller und besser kann sich das Phasengleichgewicht zwischen dem aufsteigenden Dampf und der Bodenflüssigkeit einstellen. Bei kleinen Dampfdurchtrittslöchern wird der Druckverlust sehr groß, wenn die Bodenplatte zu dick ist. Aus diesem Grunde kommen Glasfritten, wie sie z. B. *Schicklanz*¹²²⁾ benutzt hat, kaum in Betracht.

Kolonnen mit Sprudel(Kapsel)-böden. Der *Le Bel-Henninger-Aufsatz*¹²³⁾, Bild 25, arbeitet nach dem Prinzip des Kapselbodens. Diese Kolonnenart ist weiterentwickelt worden von *Baum*¹²⁴⁾, Bild 26, in einer etwas abgeänderten Form von *Clarke* und *Rahrs*¹²⁵⁾, Bild 28, sowie *Danes*¹²⁶⁾, Bild 29. Die von *Bruun*¹²⁷⁾, Bild 27, angegebene Kolonnenkonstruktion stellt eine glastech-nisch besser durchentwickelte Kolonne nach *Baum* dar. Bei den oben genannten Kolonnen liegen die Rücklaufrohre außerhalb der Säule, was in wärmetechnischer und baulicher Hinsicht nachteilig ist. *Keesom* und Mitarbeiter¹²⁸⁾ haben die erste Sprudelkolonne,



Die Rücklaufrohre für die Flüssigkeit befinden sich in der Säule. Dies läßt sich durch die Anwendung von Glasrohren mit achsenparallelen Scheidewänden, sog. Mehrkammerrohren erreichen. Nach diesem Bauprinzip sind zwei Typen entwickelt worden. Die erste

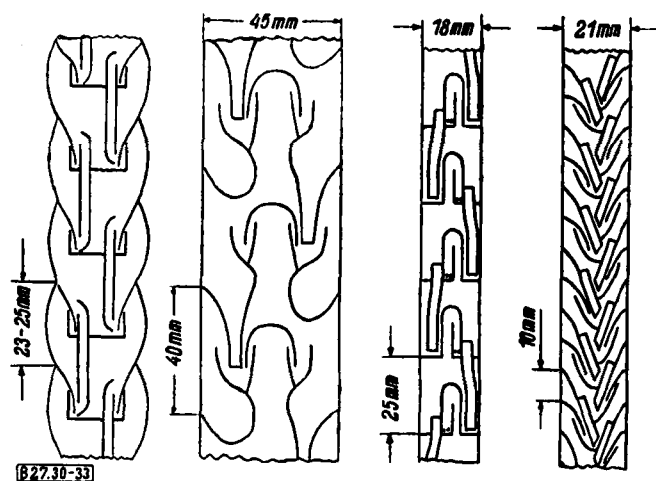


Bild 30
Sprüdelboden
nach Keesom

Bild 31
Sprüdelboden nach
Greiner u. Friedrichs

Bild 32 und 33
Sprüdelböden nach Klein, Stage
und Schnitzke

Bild 30 bis 33
Laboratoriums-Sprüdelböden

Form eignet sich besonders zur Destillation größerer Mengen, während das zweite Modell zur Destillation geringer Substanzmengen in Betracht kommt. Die Kolonnen beider Typen enthalten keine beweglichen Teile. Sie genügen in wärmetechnischer und mechanischer Hinsicht allen Anforderungen.

In Zahlentafel 1 sind die charakteristischen Eigenschaften der erwähnten Bodenkolonnen zusammengestellt, soweit sie in der Literatur bisher angegeben worden sind. Die Kolonnen nach Keesom, Bruun, Oldershaw, Sigwart sowie Klein und Mitarbeitern erfüllen am besten die geforderten Bedingungen. Die von Bruun und Mitarbeitern¹³⁴⁾ mitgeteilten Bodenwirkungsgrade erscheinen für Laboratoriumskolonnen unwahrscheinlich hoch und zwar aus

Zahlentafel 1

Die charakteristischen Merkmale der wichtigsten Bodenkolonnen

Kolonne nach	Anmerkung	Boden- abstand in mm	Säulen- durchm. in mm	Boden- inhalt in cm ³	Boden- wirkungsgrad in % ^{*)}	Bild
Dupont	113	etwa 5'	25			20
Palkin	114	etwa 68	25			21
Dessaigne	116	50	30	etwa 5		22
Schicklantz	122	40		etwa 1	98—100	—
Gray-Oldershaw	118	25	25	etwa 1—2	80—90	23
Sigwart		65	50	etwa 7,5	100—110	24
Clarke u. Rahrs	125	etwa 70	24—28	etwa 3—4		28
Danes	126	50	25	1,5	50	29
Braun	127	20 bzw. 40	25	0,7 bzw. 1,4	70—100	27
Keesom	128	23—25	etwa 33	1	50	30
Greiner u. Friedl.	129	40	45	etwa 2—2,5	64—66	31
Klein, Stage u.	130	25	18	etwa 1	53—66	32
Schnitzke		16	18	0,2—0,3	49—54	33

*) Da die Bestimmung des Bodenwirkungsgrades der verschiedenen Kolonnen nicht nach einheitlichen Richtlinien durchgeführt worden ist, lassen sich die angegebenen Zahlen ohne weiteres nicht miteinander vergleichen; sie geben nur einen ungefähren Anhalt über die Größe des Bodenwertes.

folgendem Grunde: Der auf dem nächst höheren Boden niedergeschlagene Dampf enthält wegen des kleinen Bodenabstandes immer mitgerissene Flüssigkeitsteilchen des vorigen Bodens, so daß derartig hohe Bodenwirkungsgrade ohne zwangsläufige Flüssigkeitsführung bei Bodenabständen von 2 cm und weniger in Laboratoriumskolonnen kaum erreicht werden dürften. Es wird vermutet, daß die in die Berechnung der Wirksamkeit eingehende Rücklaufmenge zu niedrig eingesetzt wurde, da sie vermutlich am Kopf der Kolonne gemessen worden ist¹³⁵⁾. Wir werden in unserer An-

sicht gestützt durch eine Mitteilung von Schicklantz¹³⁶⁾ und durch Ergebnisse einer Arbeit U. von Webers aus dem W. Jostschen Institut¹³⁷⁾: Für eine Bruun-Kolonne konnte der Bodenwirkungsgrad mit nur 50—60% ermittelt werden.

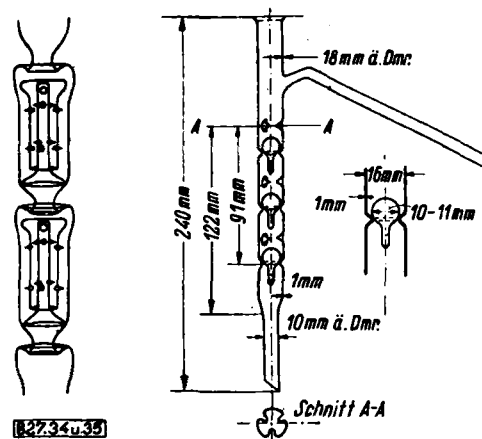


Bild 34 (links) Bild 35 (rechts)
Evaporator nach Young und Thomas Snyder-Kolonne

Bild 34 und 35
Laboratoriums-Sprühkolonnen

Sprühkolonnen

Die Flüssigkeit kann mittels fest angeordneter Sprühdüsen oder durch Rotation zerteilt werden. Wir unterscheiden also zwischen Kolonnen mit Sprühdüsen und Kolonnen mit rotierenden Einsätzen, sog. „rotierenden Kolonnen“. Von den Laboratoriumskolonnen arbeiten nur wenige nach dem Prinzip der Sprühkolonnen, z. B. der Evaporator nach Young und Thomas¹³⁸⁾, Bild 34, sowie die Snyder-Kolonne¹³⁹⁾, Bild 35, die aber beide überholt sind.

Die Kolonnen mit rotierenden Achsen werden seit einigen Jahren mit großem Erfolg benutzt. Die erste „rotierende“ Laboratoriumskolonne ist schon 1923 von Myers und Jones¹⁴⁰⁾ angegeben worden. Ihr Vorschlag ist zunächst völlig in Vergessenheit geraten. Erst Keyes¹⁴¹⁾ sowie Urey und Mitarbeiter¹⁴²⁾ haben ihn wieder aufgegriffen. Die Konstruktion dieser Kolonnen ist aus Bild 36 zu ersehen¹⁴³⁾. Die Kolonne enthält in der Mitte einen drehbaren Schaft, der in Abständen von etwa 10 mm nach oben gerichtete Teller trägt. In die Zwischenräume hinein ragen Ablaufbleche, die an der ruhenden Kolonnenwand befestigt sind. Durch die Zentrifugalkraft wird die von den Blechen ablaufende Flüssigkeit an die ruhende Kolonnenwand geschleudert. Hierbei bildet sich ein feiner Sprühregen aus, der dem aufsteigenden Dampf eine große Phasengrenzfläche bietet. Huffman und Urey¹⁴⁴⁾ geben für die Wirksamkeit einer Kolonne mit 621 rotierenden Elementen mehr als 500 theoretische Böden an. Der Wirkungsgrad eines jeden Elementes beträgt demnach etwa 85%. Die Kolonne hat eine Länge von 10,7 m, so daß der Bodenwert ungefähr 2 cm beträgt. Aus der Arbeit von Mair und Willingham¹⁴⁵⁾ ist zu entnehmen, daß die Wirksamkeit einer rotierenden Kolonne hauptsächlich von den gewählten Dimensionen abhängt. Dagegen scheint die Rotationsgeschwindigkeit innerhalb des untersuchten Bereichs von 250 bis 1500 Umdrehungen keinen merklichen Einfluß auszuüben. Dies wird auch durch Versuche von A. Coenen¹⁴⁶⁾ an einer Rotations-

¹³⁴⁾ Siehe Anm. 122.

¹³⁵⁾ Nach einer Privatmitteilung des Herrn Prof. W. Jost, Marburg, vom 10. 2. 1944.

¹³⁶⁾ Siehe Anm. 6, S. 154/56.

¹³⁷⁾ J. K. Simons u. E. C. Wagner, J. chem. Educat. 9, 126/28 [1932].

¹³⁸⁾ J. E. Myers u. W. J. Jones, J. chem. Soc. (London) 227, 4/8 [1925].

¹³⁹⁾ D. B. Keyes Chem. metallurg. Engng. 38 226/27 [1931].

¹⁴⁰⁾ J. R. Huffman u. H. C. Urey Industr. Engng. Chem., ind. Edit. 29, 531/35 [1937]; weitere Zitate siehe Lit. S. 89 und 147/48.

¹⁴¹⁾ B. J. Mair u. Ch. B. Willingham, J. Res. nat. Bur. Standards 22, 519/27 [1939].

¹⁴²⁾ Siehe Anm. 143.

¹⁴³⁾ Siehe Anm. 142.

¹⁴⁴⁾ A. Coenen: Katalytische Aromatisierung aliphatischer Kohlenwasserstoffe unter besonderer Berücksichtigung einheitlicher, aus dem synthetischen Benzin aus Kohlenoxyd und Wasserstoff abgetrennter Paraffine und Olefine. Diss., T. H.-Aachen 1941. S. 36/47 und die beigelegte Werkstattzeichnung.

¹³⁴⁾ J. H. Bruun u. S. D. West, Industr. Engng. Chem., analyt. Edit. 9, 247/48 [1937].

¹³⁵⁾ Siehe Anm. 27, S. 3 und 4 und Anm. 130.

kolonne mit 125 Rotor- und 124 Statorblechen bestätigt, bei der die Rotationsgeschwindigkeit zwischen 700 und 1750 U/min variiert wird. Coenen gibt für diese Kolonne bei einer Belastung von 60 cm³ Rücklauf je Stunde und weniger einen Bodenwert von 1,28 cm an. Mair und Willingham kommen bei einer Belastung

Böden, was einem Bodenwert von 7,5 cm entspricht. Während der Destillation, d. h. bei endlichem Rücklaufverhältnis, sinkt die Wirksamkeit auf 60 bis 80% des angegebenen Wertes. Die Autoren haben mit Rücklaufgeschwindigkeiten zwischen 160 und 300 cm³/h gearbeitet.

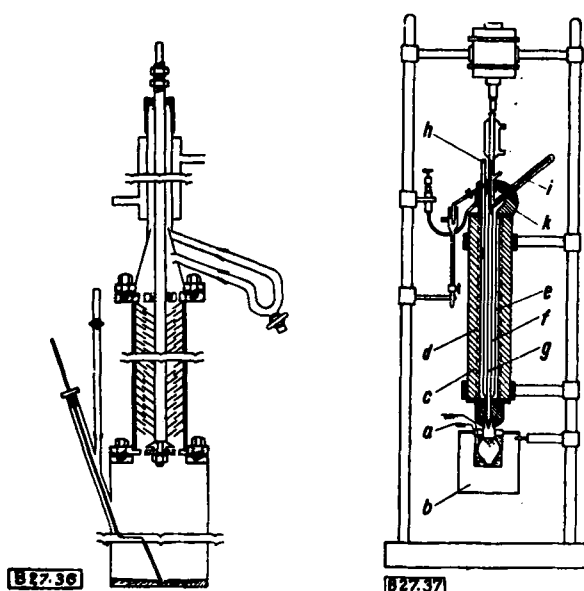


Bild 36
Rotierende Kolonne nach B. J. Mair
und C. B. Willingham (Pegram Urey
Hufmann-Kolonne)

Bild 37
Kolonne mit rotierendem
Metallband nach Koch,
Hilberath und Weinrotter

Zu Bild 37:

- | | |
|------------------------------|--|
| a Kolbenheizung | f Vakuummantel |
| b Kolbenisolation | g Trennsäule mit Metallband |
| c Trennsäulenisolation | h Thermometer für den Trennsäulen-Mantel |
| d Heizung für die Trennsäule | i Thermometer für den Kolonnenauflauf |
| e Luftmantel | k Aufsatzisolation |

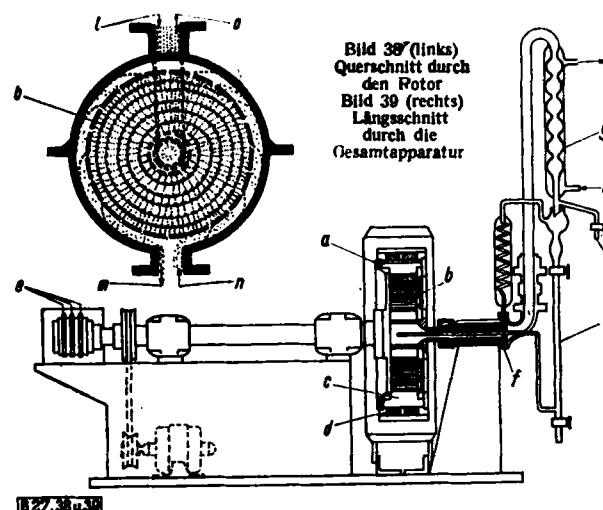


Bild 38 und 39
Podbielniak-Zentrifugal-Superfraktionator

- | | |
|-----------------|-----------------------|
| a Rotorkörper | h Kühlwasserzuleitung |
| b Spirale | i Destillatentnahme |
| c Blasenraum | k Rücklaufrohr |
| d Heizwicklung | l Rücklaufauführung |
| e Heizzuführung | m Rücklaufaustritt |
| f Pumpe | n Dampfzuführung |
| g Kühler | o Dampfaustritt |

von 288 cm³ Rücklauf je Stunde sogar auf einen Bodenwert von 0,93 cm. Dagegen erzielen Brodsky und Scarre¹⁴⁷⁾ mit einer ähnlichen Kolonne nur einen Bodenwert von 3 cm.

Nach unserer Ansicht ist der Einfluß der Rotationsgeschwindigkeit allerdings bisher nur in einem Bereich untersucht worden, der weit oberhalb einer „kritischen“ Drehzahl liegt, die zur Vernebelung erforderlich ist.

Lesesne und Lichte¹⁴⁸⁾ beschreiben eine Halbmikrokolonne, in der ein Metallband umläuft. Dieser Kolonnentyp ist von Koch, Hilberath und Weinrotter¹⁴⁹⁾ eingehend untersucht worden. In Bild 37 ist das von Koch und Mitarbeitern benutzte Modell dargestellt. Die Benutzung der Kolonne für Vakuumzwecke erfordert entweder eine elektromagnetische Kraftübertragung durch die Glaswand hindurch oder den Einbau einer Stopfbuchse am Kopf der Säule. Die Konstruktion dieser Stopfbuchse ist mittlerweile im Mülheimer Institut erfolgt. Sie geben für eine Rücklaufgeschwindigkeit von 120 cm³/h einen Bodenwert von 2,5 cm an. Der Säulinhalt beträgt bei einer Kolonnenlänge von 37,5 cm nur 0,2 cm³. Eine ähnliche, aber längere Kolonne wird von Baker, Barkenbus und Roswell¹⁵⁰⁾ beschrieben. Die Wirksamkeit dieser 5,45 m langen Kolonne beträgt unter vollkommenem Rücklauf bei einer Belastung von 160 cm³ Rücklauf je Stunde 72,3 theoretische

In den bisher besprochenen rotierenden Kolonnen wird die Trennung durch eine feine Zerteilung der Flüssigkeit begünstigt, während man der Zentrifugalkraft keinen wesentlichen Einfluß auf das Trennergebnis zuschreibt. Es erhebt sich die Frage, ob durch die Zentrifugalkraft überhaupt eine Trennwirkung ausgelöst werden kann. Schon im Jahre 1918 hat Mariller¹⁵¹⁾ festgestellt, daß eine Trennung durch Rotation infolge der Diffusion keinen Erfolg haben kann. Später kommen Beams¹⁵²⁾, Wilson¹⁵³⁾, Hausen¹⁵⁴⁾, sowie Martin und Kuhn¹⁵⁵⁾ auf Grund theoretischer Berechnungen zu dem gegenteiligen Ergebnis. Die Trennwirkung in Apparaten mit rotierenden Spiralen, wie sie von Placek¹⁵⁶⁾, Podbielniak¹⁵⁷⁾, Bild 38 und 39, und Piazza¹⁵⁸⁾ gebaut worden sind, soll nach den Angaben der Autoren zu einem Teil durch die Zentrifugalkraft bedingt sein¹⁵⁹⁾. Nach der Untersuchung von Marx¹⁶⁰⁾ sind diese rotierenden Spiralen nicht wirksamer als gute andere Kolonnen. Sie sollen allerdings einen größeren Durchsatz als die vorher beschriebenen „rotierenden“ Kolonnen gestatten; dafür haben sie einen hohen Wärmebedarf und sind in der Anschaffung sehr teuer. Die Hauptschwierigkeit liegt auch hier in der richtigen Bemessung.

Eingeg. 1. Febr. 1945 [B 27 I] (Forts. folgt.)

¹⁴⁷⁾ A. E. Brodsky u. O. Ch. Scarre Acta physicochim. URSS 20 729/52 [1939]. Weitere Arbeiten siehe Lit. S. 89.

¹⁴⁸⁾ Sh. D. Lesesne u. H. L. Lichte Industr. Engng. Chem. analyt. Edit. 20, 450 [1938].

¹⁴⁹⁾ H. Koch, F. Hilberath u. F. Weinrotter Chem. Fabrik 24, 387/90 [1941].

¹⁵⁰⁾ R. H. Baker, Ch. Barkenbus u. C. A. Roswell Industr. Engng. Chem. analyt. Edit. 22, 468/71 [1940].

¹⁵¹⁾ C. Mariller Bull. Assoc. Chimistes Sucr. Ind. agric. France Colonies Distill. 36, 45/51 [1918].

¹⁵²⁾ J. W. Beams u. L. B. Snoddy J. chem. Physics 5, 993/94 [1937].

¹⁵³⁾ J. W. Beams Bull. Amer. phys. Soc. 23 Nr. 7, 6 Physic. Rev. (2) 55, 591/92 [1939].

¹⁵⁴⁾ O. H. Wilson Bull. Amer. phys. Soc. 25 Nr. 4 20 Physic. Rev. (2) 58, 209 [1940].

¹⁵⁵⁾ H. Hausen 74. Hauptversammlung des VDI in Darmstadt 1936, Fachvorträge S. 180. H. Hausen u. R. Schlatterer Z. Ver. dtsh. Ing. Beih. Verfahrenstechn. 2939 15/21. H. Hausen, Z. Ver. dtsh. Ing., Beih. Verfahrenstechn. 2942, 93/102.

¹⁵⁶⁾ H. Martin u. W. Kuhn, Z. physik. Chem., Abt. A 289, 219/316 [1941].

¹⁵⁷⁾ A. Placek, A. P. 1936523 v. 7. 2. 1931, ausg. 21. 12. 1933; A. P. 2281616.

¹⁵⁸⁾ W. J. Podbielniak, D. R. P. 595250 Kl. 12 a v. 18. 8. 1931, ausg. 6. 4. 1934; B. B. Schneider (Erfinder: W. J. Podbielniak) A. P. 2286157 v. 9. 6. 1942. Weitere Patente siehe Lit. S. 90.

¹⁵⁹⁾ J. Piazza, Ind. y Quim. 1, 151/61 [1936]; weitere Arbeiten siehe Lit. S. 90/91.

¹⁶⁰⁾ Siehe hierzu Diskussionsbemerkung von G. R. Schulze: Beih. Z. Ver. dtsh. Chemiker, 33, 25 [1939].

¹⁶¹⁾ A. Marx, Beih. Z. Ver. dtsh. Chemiker, 33, 20/25 [1939].