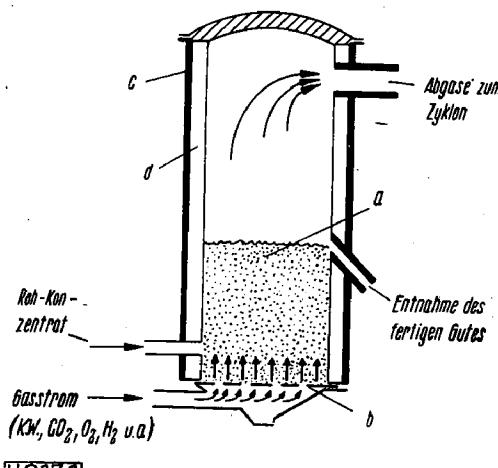


## Umschau

**Rieselstreuverfahren.** Unter „fluidization“ versteht man in der amerikanischen Verfahrenstechnik ein Verfahren, bei welchem auf eine Masse möglichst fein zerkleinerter, fester Substanzen von unten ein turbulenter Gasstrom gerichtet wird, so daß das Gesamtsystem in einen turbulenten Zustand gebracht wird, der dem einer kochenden Flüssigkeit ähnlich ist. Es soll im Deutschen als „Rieselstreuverfahren“ bezeichnet werden. Die Technik des Verfahrens ist von der Standard Oil Co. und ihren Tochtergesellschaften vor allem im Kriege entwickelt worden und fand zunächst nur Anwendung bei katalytischen Prozessen in der Erdölindustrie. In diesem Falle wurde der Katalysator von Kohlenwasserstoff-Strömen, die zur Reaktion gebracht werden sollten, durchwirbelt. Es zeigte sich, daß die Reaktionen sehr gut lenkbar und daß die optimalen Bedingungen zu jedem Teilprozeß leicht zu erkennen sind und daß selbst bei endothermen Katalysen die Wärmetübertragung durch die vorerwärmte Katalysatormasse oder durch eine Temperaturerhöhung des Gasstromes leicht möglich ist. Als besonderer Vorteil wurde immer wieder die Temperaturkonstanz in den oft sehr großen Kesseln erwähnt, in denen zwischen wärmsten und kältesten Stellen Höchstdifferenzen von nur 40 bis 45°C beobachtet wurden. Die Verfahren erwiesen sich jedoch als unbrauchbar, sobald bei den Reaktionen Erweichungs- oder Schmelzvorgänge oder Oberflächen-Adhäsionen auftraten. Die in diesem Falle gebildeten Reaktionskonglomerate sinken ab, sammeln sich im Kesselbett und verstopfen die Zufuhren des Gasstromes. Nach einem Bericht von R. P. Kite und E. J. Roberts<sup>1)</sup> haben inzwischen zahlreiche andere Zweige der chem. Industrie die Verfahren der Erdölindustrie übernommen und wenden sie heute nach entsprechenden Abänderungen bereits bei folgenden Prozessen an: Calcineren von Kalkstein, Dolomit, Magnesit, Metallhydraten und gewissen Pigmenten; Teilcalcinerung, wie z. B. Umwandlung des MgCO<sub>3</sub> im Dolomit zu MgO ohne Angriff des anwesenden CaCO<sub>3</sub>; Oxydationen, besonders, wenn einfache Luftströme ausreichen; Reduktion von Metalloxyden, z. B. Hämatit zu Magnetit; Röstprozesse von As-Pyriten und Sulfiden des Zinks, Kupfers und Eisens; Chlorierung, einschließlich der Verdampfung der gebildeten Metallchloride zur Reinigung; Umwandlung von Metalloxyden in Sulfate, vor allem CuO → CuSO<sub>4</sub>, und schließlich bei empfindlichen Wärmeaustauschvorgängen von der festen auf die gasförmige Phase und umgekehrt. In Bild 1 wird



U 217.1

Bild 1. Reaktionskessel zum Rösten von Pyriten nach dem Rieselstreuverfahren

a Reaktionsgut; b durchlöcherte Grundplatte; c Stahlmantel; d Isolierung und feuerfeste Ausmauerung.

ein einfaches Verfahrensschema wiedergegeben. Ein Reaktionskessel dieser Art ist z. B. seit Februar 1943 in Kanada in Betrieb und röstet täglich 10 bis 15 t As-Pyrite.

[U 217] -W.

**Die Trennung von Gemischen niedermolekularer Stoffe mit Dialysierkolonnen** ist durch grundlegende Arbeiten von R. Signer, H. Hänni, W. Koestler, W. Rotenberg und P. von Travell<sup>2)</sup> so ausgebaut worden, daß sie in manchen Fällen einer Zerlegung mit Hilfe chromatographischer Adsorptionsanalysen oder Molekulardestillationen vorzuziehen ist. Als besondere Vorzüge des Verfahrens, das durch mehrere Auslandspatente geschützt ist, führen die Au-

toren die geringe Beanspruchung der Gemischkomponenten (die Verdampfung erfolgt im Vakuum unter Ausschluß von O<sub>2</sub>), die einfache und kontinuierliche Arbeitsweise der Kolonnen und die Tatsache an, daß auch Komponenten von Molekulargewichten bis zu einigen Tausenden und von ionogenem Bau isoliert werden können, wenn die Molekulardestillation wegen zu geringer Flüchtigkeit versagt. Die benutzten Kolonnen bestehen aus zahlreichen Hartgummi-Einzellzellen, die ein Volumen von 54 cm<sup>3</sup> aufweisen; die linke Seite der Dialysiermembran (177 cm<sup>2</sup>) wird als Gemischseite, die rechte als Dialysierseite benutzt. In Bild 2 wird ein Aus-

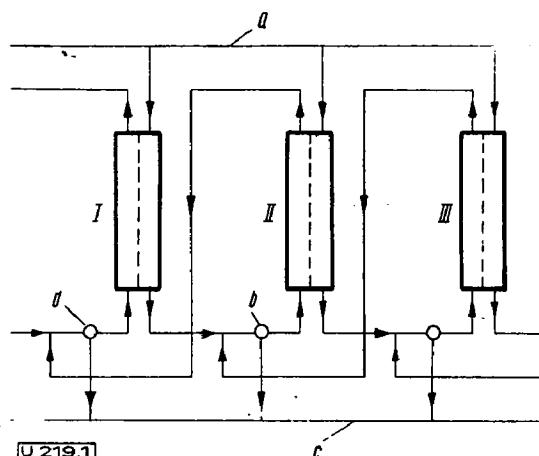
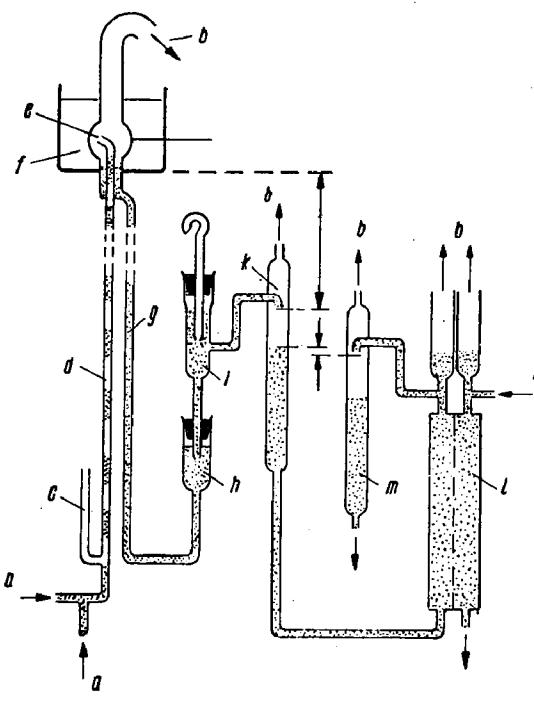


Bild 2. Schaltschema von 3 Dialysierkolonnen I, II und III; a Zufließleitung; b Konzentrat; c Sammelleitung.

schnitt von drei Zellen gezeigt. Aus der Leitung a treten die Ströme des Lösungsmittels in die Zellen ein. Die Dialysat-



U 219.2

Bild 3. Konzentrator.

Bei a vereinigen sich die Ströme aus der Dialysierseite der vorhergehenden und die Restlösung aus der Gemischseite der nachfolgenden Zelle. An den Stellen b wird evakuiert, und zwar auf die für das jeweilige Lösungsmittel notwendigen Drücke, für H<sub>2</sub>O also auf etwa 20 mm Hg. Durch die Kapillare c wird Luft eingesaugt; soll O<sub>2</sub> vermieden werden, so muß ein indifferentes Gas, etwa N<sub>2</sub>, benutzt werden. Im Rohr d steigt die Flüssigkeit in Anteilen hoch, die durch das eintretende Gas getrennt werden. In den Kolben e, der durch ein Wärmebad f beheizt wird, tritt Verdampfung ein, wobei Kondensationsvorrichtungen im Bild weggelassen sind. Die konzentrierte Lösung fließt durch das Rohr g und das Filter h in eine Drosselvorrichtung i. Diese besteht aus einer Kapillare, in die ein feiner Pt-Draht verschieden weit eingeschoben werden kann, so daß die Tropfgeschwindigkeit bei k und damit die Strömungs-Geschwindigkeit reguliert werden kann. Das Konzentrat tritt dann in die nächste Dialysierzelle l ein, aus der die Restlösung in das Rohr m gelangt. Bei a wird mehr Lösung hochgesogen, als durch die Drossel i fließen kann, der Rest wird im Kolben e laufend verdampft. Das bei n in die Zelle l gelangende Lösungsmittel muß mit einer Drosselinrichtung ebenfalls auf eine bestimmte Strömungsgeschwindigkeit eingestellt werden.

<sup>1)</sup> R. P. Kite u. E. J. Roberts, Chem. Engng. 54, 12; 112/15 [1947].

<sup>2)</sup> Helv. Chem. Acta 29, 1984/91 [1947].

lösung der Zelle I wird in einem besonderen Konzentrator *b* von einem Teil des Lösungsmittels wieder befreit, das der Sammelleitung *c* zugeführt wird, während das Konzentrat die Gemischseite der Zelle II von unten nach oben durchfließt. Die oben austretende Restlösung wird der Gemischseite der vorhergehenden Zelle I wieder zugeführt, und zwar vor dem entsprechenden Konzentrator *d*. Aus der Dialysatseite der letzten Zelle einer Kolonne fließt schließlich die stark angereicherte, am raschesten dialysierende Komponente ab und kann aufgearbeitet werden. Soll die am langsamsten dialysierende Komponente gewonnen werden, so muß das Gemisch auf der Gegenseite der Kolonne, also umgekehrt wie im vorigen Beispiel, angeschaltet werden. Wird die Gemischlösung zwischen zwei Zellen eingeführt, so fließt an einem Kolonnenende die am schnellsten, am anderen Ende die am langsamsten dialysierende Komponente aus. Außer vom Verhältnis der Dialysekoefizienten hängt der Trenneffekt von der Zahl der Einzelzellen der Kolonne ab. Er nimmt mit steigender Zellenzahl zu, die Menge der in der Zeiteinheit abgeschiedenen Komponenten nimmt jedoch in derselben Sinne ab. Einzelheiten über die Einrichtung der Konzentratoren gibt Bild 3.

Wegen theoretischer Grundlagen, der Abhängigkeit der Trennung von der Strömungsgeschwindigkeit u. a. sei auf die zitierte Literaturstelle verwiesen, die auch interessante Tabellen über Versuchsergebnisse enthält. Die Errichtung einer Dialysierkolonne erfordert verhältnismäßig erhebliche Mittel, kostspielige Apparaturen und langwierige Experimente. Aus diesem Grunde wurde versucht, die Wirksamkeit solcher Kolonnen durch gewisse Größen, wie Konzentrationsfaktor, Durchlässigkeitskonstante, Anreicherungsfaktor u. a. zu kennzeichnen und diese Größen theoretisch zu berechnen. Die Lösung dieser Aufgabe ist P. von Travel gelungen<sup>9)</sup>, wodurch die Erstellung von Dialysierkolonnen wesentlich erleichtert wird.

[U 219] -W.

**Grundzüge der Destillation von Formaldehyd-Lösungen<sup>1)</sup>.** Bei der Wichtigkeit von Formaldehyd und seiner wäßrigen Lösungen als Zwischenprodukt der chemischen und der Kunststoffindustrie ist es auffallend, daß über das Siedeverhalten dieser Lösungen (Siedepunkte und Dampf/Flüssigkeits-Gleichgewicht) so widersprechende Literaturangaben bestehen, in die bisher noch keine Klarheit gebracht war. E. L. Piret u. M. W. Hall<sup>2)</sup> haben daher entsprechende Untersuchungen durchgeführt und ihre Darlegungen durch zahlreiche Kurven und Tabellen belegt.

Die Bestimmung der Siedepunkte wäßriger, durch Auflösung von Paraformaldehyd hergestellter Formaldehydlösung ergab, daß mit steigendem Formaldehyd-Gehalt die Siedetemperatur von 100,00°C fast linear sinkt, um ab 20 Gew.-% Formaldehyd bei 98,95°C konstant zu bleiben. Oberhalb 40% Formaldehyd tritt ein Wiederansteigen des Siedepunktes ein, der bei 53,1% wieder die Temperatur von 100,00°C erreicht. Diese Temperaturangaben gelten für 760 mm Hg Druck; die Kurve für 740 mm Druck ist parallel und bewegt sich zwischen 99,3°C und 98,35°C. Die Analyse der Formaldehyd-Lösungen geschah durch Umsetzung mit Natriumsulfit und Titration des freiwerdenden Alkalins gegen Thymolphthalein.

Die Dampf/Flüssigkeits-Gleichgewichte beim Siedepunkt wurden nach zwei verschiedenen Methoden gemessen. Die Ergebnisse beweisen einwandfrei, daß die Dampfphase stets ärmer an Formaldehyd ist als die damit im Gleichgewicht stehende Flüssigkeit. Wenn trotzdem in manchen Fällen, abhängig von der Art des Untersuchungsgerätes, eine Verstärkungswirkung durch Destillation beobachtet wurde, so erklärt sich dieser Widerspruch daraus, daß die Gleichgewichtskurve sich auf Formaldehyd CH<sub>2</sub>O bezieht, während in wäßriger Lösung CH<sub>2</sub>O, CH<sub>2</sub>O·H<sub>2</sub>O (Methylenglykol) und höhere Hydrate nebeneinander vorhanden sind. Ebenso ergibt die Dampfdruckkurve einwandfrei, daß keine konstant siedenden (azeotropen) Gemische bestehen, obgleich solche des öfteren in der Literatur erwähnt werden. Auch hier kann durch die Art des Apparates eine solche Erhöhung der Konensation eintreten, daß anscheinend konstant siedende Gemische gefunden werden. Es kann nämlich eine Formaldehyd-Anreicherung in der Dampfphase eintreten, wenn während der Fraktionierung der Dämpfe unter Bedingungen, unter denen kein Gleichgewicht besteht, nicht genügend Zeit für die Bildung von Formaldehyd-Polymeren im flüssigen Kondensat zur Verfügung steht. Dann wäre der Methylenglykol-Gehalt im Dampf größer als der Methylenglykol- oder sogar als der gesamte Formaldehyd-Gehalt im flüssigen Kondensat.

[U 226] K. St.

<sup>1)</sup> Helv. Chem. Acta 30, 334/48 [1947].

<sup>2)</sup> Vortrag auf einem Symposium „Chemische Technik in der Kunststoffindustrie“, gehalten auf der 112. Sitzung der Amer. Chem. Soc.

<sup>3)</sup> Industr. Engng. Chem. 40, 661/72 [1948].

**Kontinuierliche Polymerisation in Deutschland<sup>4)</sup>.** Bis 1945 war Deutschland der größte Erzeuger von thermoplastischen Kunststoffen, deren Herstellung fast ausschließlich in Händen der I. G. Farbenindustrie lag. Die drei wichtigsten dieser Stoffe und ihre Produktionsmethoden waren:

- Blockpolymerisation von Styrol (Ludwigshafen);
- Emulsionspolymerisation von Vinylchlorid (Ludwigshafen und Schkopau);
- Blockpolymerisation von Vinylacetat (Höchst) und Lösungspolymerisation von Vinylacetat (Höchst).

Alle diese Verfahren wurden nach ähnlichen Grundsätzen auf kontinuierlichem Wege durchgeführt. Monomeres oder anpolymerisiertes Material wird mit Katalysatoren und evtl. anderen Hilfsstoffen am Kopf einer langen schmalen, autoklavenähnlichen Kolonne eingespeist, und da durch sorgfältige Kontrolle des Wärme- und Materialflusses jede Turbulenz vermieden wird, trachtet das Polymere, das ein größeres spezifisches Gewicht als das Monomere hat, danach, sich am Boden der Kolonne abzusetzen, wo es abgezogen werden kann<sup>5)</sup>.

Styrol wird bei 80–82°C in Aluminiumkesseln mit Rührwerk vorpolymerisiert, bis der Gehalt an Polymerem 33–35% beträgt. Es ist zwar möglich, dann durch einen Walzentrockner das Monostyrol zu entfernen und ein Polystyrol eines Molgewichts von etwa 370 000 (Ultrazentrifuge) direkt zu erhalten; im allgemeinen wird jedoch die Lösung des Polymeren im Monomeren in einen V2A-Turm gegeben, der am Kopf auf 100–110°C, am Fuß auf 200°C gehalten wird. Je 2 Vorpolymerisationskessel arbeiten mit einem Turm zusammen. In kontinuierlichem Strom werden 45 kg/h Monostyrol aufgegeben und 45 kg Polystyrol eines Molgewichts von etwa 187 000 durch eine Schnecke ausgetragen, auf einem Stahlband abgekühlt und dann gemahlen.

Vinylchlorid wird in wäßriger Emulsion unter Zusatz von Kaliumpersulfat oder Wasserstoffperoxyd als Katalysatoren polymerisiert, und zwar in mit Glas ausgekleideten Autoklaven, von denen je 2 hintereinandergeschaltet sind. Das erste Gefäß wird mit Emulgatorlösung beschickt, die den Katalysator enthält; dann wird Vinylchlorid zugepumpt und die Polymerisation durch Erwärmung in Gang gebracht. Später muß gekühlt werden, um Überhitzung zu vermeiden. Der Ablauf der Reaktion wird durch Kontrolle des spez. Gewichts der wäßrigen Emulsion gemessen. Die Aufarbeitung der Dispersion geschieht durch Walzentrocknung, Koagulation oder Verdünnung der Emulsion in warmer Luft.

Die Blockpolymerisation von Vinylacetat gestattet nur die Herstellung von Polymeren mit Molgewichten zwischen 30 000 und 60 000. Niedrigere Polymere sind zu dünnflüssig, höhere zu hochviskos, um die Anwendung der beschriebenen Arbeitsprinzipien zu gestatten. Die Blockpolymerisation erfolgt in einem Aluminiumturm unter Zusatz von etwas Propionaldehyd sowie Benzoylperoxyd als Katalysator. Bei der Lösungspolymerisation von Vinylacetat in Essigesterlösung werden emaillierte oder mit Glas ausgekleidete Stahltürme verwendet. Aus ihnen wird eine Lösung erhalten, die noch 5–8% Monomeres enthält. In Tanks findet eine Nachpolymerisation statt. Die Türme müssen des öfteren mit Lösungsmitteln ausgekocht werden, weil sie sich innen mit einer allmählich unlöslich werdenden Schicht von Polymerem überziehen.

[U 227] K. St.

**Anregungen für die Kunststoff-Technologie durch Deutschland<sup>6)</sup>.** Die durch englische und amerikanische Fachleute nach dem Krieg vorgenommene Untersuchung deutscher Kunststoffanlagen und -verfahren hat die amerikanische Kunststoffindustrie in verschiedenen Richtungen befriedet. J. M. de Bell und H. M. Richardson<sup>7)</sup> zeigen, welche Neuerungen übernommen wurden, welche für amerikanische Verhältnisse weniger geeignet sind, und wo die Amerikaner die deutschen Vorarbeiten weiter ausbauen könnten.

Bei der Herstellung von Acetylcellulose soll das deutsche Verfahren der Rückgewinnung von Acetanhydrid durch Aufspaltung von Eisessig an einem Triäthylphosphat-Katalysator zu Ketten von mehreren amerikanischen Firmen übernommen werden.

Celluloseglykolsäure wird jetzt auch in den USA hergestellt, da sie in einer Reihe der verschiedensten Sachgebiete mit Nutzen verwandt werden kann.

Die kontinuierliche Blockpolymerisation von Styrol wurde von den Amerikanern weniger beachtet, wohl aber

<sup>4)</sup> Vortrag auf einem Symposium „Chemische Technik in der Kunststoffindustrie“, gehalten auf der 112. Sitzung der Amer. Chem. Soc.

<sup>5)</sup> R. D. Dunlop und F. E. Reese, Industr. Engng. Chem. 40, 654/60 [1948].

<sup>6)</sup> Vortrag auf einem Symposium „Chemische Technik in der Kunststoffindustrie“, gehalten auf der 112. Sitzung der Amer. Chem. Soc.

<sup>7)</sup> Industr. Engng. Chem. 40, 651/54 [1948].

die kontinuierliche Emulsionspolymerisation von Vinylchlorid<sup>10</sup>). PVC-Pasten haben sich in Deutschland und England besser eingeführt als in den USA. Polyvinyläther, Polyvinylcarbazol und Polyvinylpyrrolidon werden jetzt auch in den USA produziert, Polyvinylacetat-Dispersonen für Anstrichzwecke in Kanada. Nachchloriertes PVC konnte sich in USA gegen PVC-Mischpolymerisate (Saran und Vynon) nicht durchsetzen. Bei den Acrylharzen findet die direkte Synthese aus Acetylen, Kohlenmonoxyd und Alkohol starkes Interesse.

Auf dem Polyamidgebiet (Folien, Spritzgußmassen, Weichmacher) hat sich hauptsächlich die Firma DuPont mit den deutschen Verfahren befaßt und sich den reinen Caprolactam-Polykondensaten zugewandt. Additionspolymere, die von Polyisocyanaten ausgehen, können jetzt in den USA bearbeitet werden, nachdem zwei Firmen die Lieferung von Diisocyanaten aufgenommen haben. Man verspricht sich eine Weiterentwicklung auf dem Gebiet der Fasern, der Lacke, der Schäume und anderer Kunststoffe.

Forschungen auf dem Gebiet der Schnellpolymerisation von Kunstkautschuk durch Redox-Systeme liegen gleichzeitig in USA und Deutschland. Ein Hilfsmittel zur Verhinderung von Kettenverzweigungen (Diisopropyl-xanthogen-disulfid) ist auch in den USA bekannt. An Stelle des deutschen Schaummittels für Kunststoffschäume (Azo-di-isobuttersäure-dinitril) wird in den USA das Dinitroso- pentamethylentetramin bevorzugt. Ueber den Klebrigmacher Koresin (aus Acetylen und p-tert.-Butylphenol) sind die Ansichten der amerikanischen Industrie geteilt.

Tetrahydrofuran als Lösungsmittel und wichtiges Zwischenprodukt wird jetzt in den USA aus Furfurol hergestellt. Der Weichmacher Mesamoll steht noch auf der Planungsliste, da in den USA noch keine Fischer-Tropsch-Kohlenwasserstoffe verfügbar sind.

Behälter für Arzneimittel usw. wurden in Deutschland aus Celluloseacetat hergestellt, in den USA nimmt man Polyäthylen.

Von deutschen Folien erscheinen beachtenswert das Styroflex (aus Polystyrol) und das Luvitherm (aus PVC), sowie dessen Anwendung als Magnetophonband.

**Ein Apparat für die präparative Elektrophorese.** J. A. V. Butler und J. M. Stephen<sup>11)</sup> haben nach Erprobung einer Anzahl bekannter Bauarten den in Bild 4 dargestellten

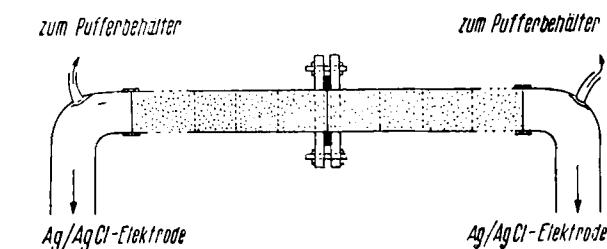


Bild 4. Apparat für präparative Elektrophorese

Apparat entwickelt. Die Wanderung findet in einem dünnen Polystyrolrohr von etwa 2,5 cm Dmr. und 1 m Länge statt. Das Rohr ist ziemlich locker mit Asbestfasern, wie sie für Goochtiegel verwendet werden, gefüllt; diese Füllung erhöht den Widerstand der mit Pufferlösung gefüllten Kolonne nicht erheblich, verhindert aber in wirksamer Weise Konvektionsströmungen. Der Asbest ist durch Filterpapier-Sperren, die in Abständen von etwa 2,5 cm angeordnet sind, in einzelne Abschnitte unterteilt. Dadurch wird es möglich, die einzelnen Asbestpfropfen leicht voneinander zu trennen, wenn sie dem Rohr entnommen werden. Das Rohr besteht aus zwei Hälften, die mit Kunststoff-Endstücken versehen sind; sie werden unter Zwischenlage eines Gummidichtungsringes zusammengeklemmt. Die zu untersuchende Lösung, etwa 5 cm<sup>3</sup>, wird mit trockenem Asbest angerührt und an der mittleren Verbindungsstelle in den Apparat eingeführt. Diese Lösung und die im übrigen Apparat befindliche Pufferlösung müssen den gleichen p<sub>H</sub>-Wert und annähernd die gleiche spezifische Leitfähigkeit haben; andernfalls verläuft die Wanderung abnormal. Die Elektroden bestehen aus Silber/Silberchlorid in konzentriertem NaCl; sie schließen vollkommen dicht, so daß kein Lösungsmitteldurchtransport durch die Kolonne hindurch stattfindet. Durch eine darüber angeordnete Brause wird die Kolonne mit Wasser gekühlt. Bei Versuchen mit gefärbten Substanzen und gefärbten Indikatoren hat sich gezeigt, daß der Asbest die konvektive Ausbreitung der gefärbten Ionen wirksam verhindert; diese bewegen sich

<sup>16)</sup> Vgl. den vorhergehenden Umschaubbeitrag.

<sup>11)</sup> Nature, London 160, 469, [1947].

ohne „unzulässige“ Ausbreitung durch das Rohr hindurch. Nach beendetem Versuch werden die Asbestpfropfen durch Druckluft aus dem Rohr geblasen oder mit einer Zange entnommen, und jeder von ihnen wird zur Analyse in ein Reagenzglas ausgequetscht. Ein Gemisch von Glycin und Glycylglycin konnte bei  $p_H = 9,3$  in 24 h mit einer Spannungsdifferenz von 250 V zwischen den Elektroden (rd. 2V/cm) praktisch vollständig in die beiden Bestandteile zerlegt werden. [U 221] Hn.

[U 221] Hn.

**Ein Destillieraufsat mit automatischer Rückflußregelung<sup>12)</sup>.** Der Destillieraufsat arbeitet nach dem bekannten Prinzip, das Gesamtkondensat abwechselnd in die Vorlage und als Rückfluß zum Destillierkolben zu leiten, wobei das die Entnahme regelnde Ventil von einem elektrischen Zeitschalter betätigt wird. Vor den bisherigen Bauarten zeichnet er sich durch kompakten, stabilen Aufbau und leichte Herstellbarkeit aus. Die Destillationskolonne ist durch einen Kugelschliff  $f$  mit dem Aufsat verbunden. Bei  $e$  wird ein Thermometer zur Temperaturmessung des Dampfstromes eingesetzt. Das Entnahmeverteil  $d$  von mindestens 7 mm Innen-Dmr. wird durch eine Wechselstromspule gesteuert, die über das am Kopf des Aufsatzes emporragende Rohr  $a$  geschoben wird. Der Verschlußkörper des Ventils  $d$  ist auf einen flachen Ventilsitz eingeschliffen; hier kann sich im geschlossenen Zustand, das heißt bei Kondensatrückleitung zum Destillierkolben, nicht mehr als 1 cm<sup>3</sup> Flüssigkeit ansammeln. Die Vorlage besteht aus zwei Teilen; oberhalb und unterhalb des unteren, graduierten Teiles sind zwei Ventile  $h$  angeordnet, deren Verschlußkörper sorgfältig auf ihre Sitze eingeschliffen und durch Spitzen zentriert sind. Der Abstand des Verschlußkörpers vom Ventilsitz beträgt

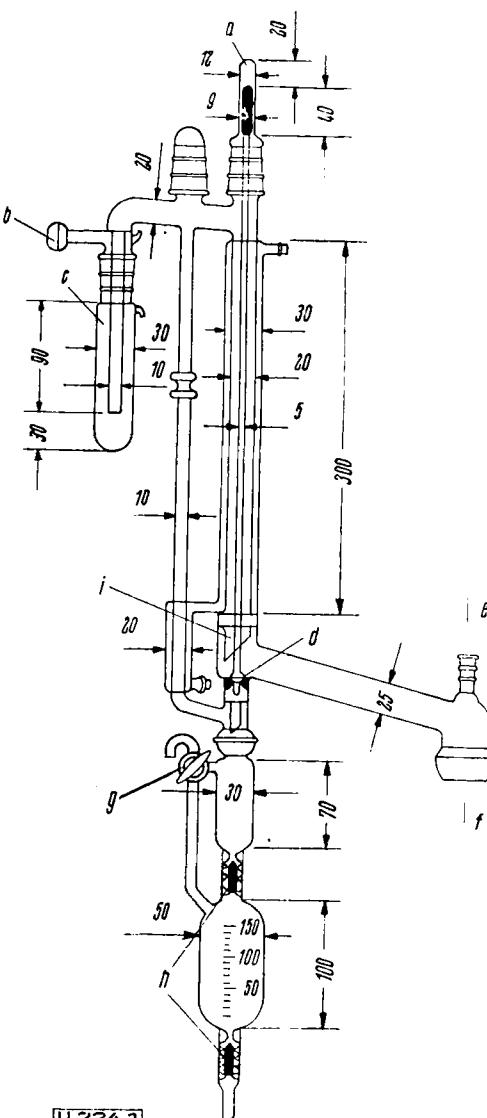


Bild 5: Destillieraufsatz

Alle Abmessungen sind in mm gegeben; die Rohrabmessungen sind Außendurchmesser.

*a* Rohr mit eingeschmolzenem Eisendraht; *b*, *f* Kugelschliff; *c* Vorlage; *d* Entnahmeverteil; *e* Thermometerstützen; *g* Dreiegehahn; *h* Ventile; *i* Tropfspitze, deren tiefster Punkt dem Seitenrohr gegenüber angeordnet werden muß.

in geöffnetem Zustand 1 bis 2 mm; die Öffnung oberhalb des Ventils muß mindestens 2 mm Dmr. haben. Der Dreiegehahn *g* steht bei Vakuumdestillationen so, daß beide Teile der Vorlage miteinander in Verbindung stehen. Der äußere Luftdruck schließt dann das untere Ventil *h*, und das Kondensat sammelt sich in der unteren Vorlage an. Soll Kondensat entnommen werden, so wird *g* so verstellt, daß in die untere Vorlage Luft eintreten kann. Dann schließt sich das obere Ventil *h*, und das Kondensat sammelt sich so lange in der oberen Vorlage an, bis *g* wieder in seine normale Stellung zurückgedreht wird. Der Aufsatz wird bei *b* mit dem Vakuumssystem verbunden; *c* ist eine Vorlage, die bei Kühlung in Trockeneis-Aceton kondensierbare Dämpfe abscheidet. Die Schmierung von *g* ist nicht schwierig, da der Hahn dem Kondensat nicht ausgesetzt ist. Die an den Ventilen *h* unvermeidlichen Undichtigkeiten lassen sich durch sorgfältiges Einschleifen so weit herabmindern, daß sie bei Drucken von etwa 10 mm Hg unbedeutend sind.

[U 224] Hn.

**Reparatur der Glasverkleidungen von Metallapparaten in der chem. Industrie.** In Amerika hat die Monsanto Chemical Co. eine Zusammenstellung empfehlenswerter Verfahren herausgebracht<sup>13)</sup>, die in den letzten Jahren erfolgreich bei Schäden erprobt wurden, die an Glasverkleidungen chemisch-technischer Anlagen auftraten. Nach diesen Verfahren können sowohl kleinere Löcher, wie sie durch leichte mechanische Beanspruchung oder durch kleine Glassprünge entstehen, als auch große Bruchstellen, deren Ursache in einer Loslösung der Glasschicht von der Unterlage oder in derben mechanischen Stößen zu suchen ist, in kurzer Zeit wieder instandgesetzt werden. Nach einer Beschädigung beginnen Apparaturen und andere Einrichtungen aus Stahl und Legierungen an den Glassprüngen zu korrodieren. Die Wiederherstellung angefressener Metalloberflächen geschieht durch besondere Füllungen, die entweder aus Metalllegierungen bestehen, welche fest mit der Unterlage verschweißt werden, um Halteschrauben für die Reparatur befestigen zu können; oder man benutzt die sog. „Reparatur-Kitte“. Dar-

unter versteht man meist keramisches Gut, wie etwa die in verschiedenen Farben gelieferten AFT-Ceramic - Cements von der Pfaudler Corporation, Duro der Electro Chemical Supply und Vitrex der Atlas Mineral Co.; verschiedentlich benutzt man auch Kunstharze, wie Alkor, Carbo-Corez, Karbat, Alka-Harz (aus Phenol-Formaldehyd) u. a. Die Benutzung der Kunstharze hat den Nachteil, daß reparierte Geräte wegen der längeren Härtungs- und Trocknungszeit bis zu 30 h unbenutzbar bleiben, sie lassen sich jedoch leichter als keramische Kitte verarbeiten, für deren Benutzung Suspensionen in Natriumsilikat empfohlen werden. Ein Verfahren, das vor allem in Frage kommt, wenn die Metalloberfläche noch nicht sonderlich angegriffen ist, verwendet für Schäden bis etwa 1,3 cm Dmr. Dichtungsmanschetten aus dem Kunststoff Teflon<sup>14)</sup>, die durch einen Zapfen aus Tantal gehalten werden, Bild 6. Bei kleineren Schäden bis etwa 1,3 cm Dmr. wird die Ausschmierung mit Kitt mit einer Glasur abgedeckt, die in 3 Aufstrichen aufgebracht wird, Bild 7. Eine Kombination dieser beiden Verfahren wird bei der Reparatur großer Bruchstellen oder bei Schäden an Ecken und Rundungen benutzt. Die Bilder 8, 9, und 10 zeigen schematisch die Methodik der Reparatur. Die die mit Kitt ausgefüllten Bruchstellen nach außen schützenden Halteplatten werden aus Silber, Tantal, Porzellan, Stahl oder Hastelloy-Legierungen hergestellt.

[U 218] -W

<sup>13)</sup> Vgl. diese Ztschr. 20, 103 [1948].

## Neue Bücher

**Grundriß der technischen Chemie. Teil I. Verfahrenstechnik.** Von C. Kröger. Wolfsbütteler Verlagsanstalt Wolfsbüttel-Hannover 1947. 142 S. m. 256 Bildern. Preis 12.- DM. Entsprechend dem Charakter der „Notdrucke“ soll dieser 1. Teilband des Grundrisses der technischen Chemie nach den Worten des Verfassers kein Lehrbuch, sondern ein Führer durch das Wissensgebiet und eine Stütze für die Vorlesungen sein. Bei dem knappen zur Verfügung stehenden Raum muß natürlich auf jede Ableitung von Formeln oder Erläuterung und Wertung technischer Einzelheiten verzichtet werden. So bleibt ein oft lexikonartig knapper Abriß über das weite Gebiet der Verfahrenstechnik von der Wärme-, Kälte- und Energieerzeugung über die Stoffänderung, Stoffdichteänderung (Komprimieren, Pressen, Zerkleinern) über Stoffmischung und Stofftrennung (Auslaugen, Waschen, Klassieren, Entstauben, Rektifizieren, Trocknen usw.) bis zu den Reaktionsapparaten und dem Aufbau der Gesamtanlage. Dabei werden die zahlreichen angegebenen Formeln zur überschlägigen Ueberprüfung der wesentlichen Abmessungen der Apparaturen auch für den Betriebsmann wertvoll sein. Ihre rasche Anwendbarkeit würde allerdings durch die lückenlose Angabe der Dimensionen der vorkommenden Größen noch erleichtert werden. Trotz einiger kleinerer Mängel und Ungenauigkeiten in sachlicher und stilistischer Hinsicht (z. B. in der Formel für  $\Delta t_m$  auf Seite 32 und Darstellung der Rektifikation auf Seite 118) wird das Buch sowohl für den Studenten wie für den Ingenieur in der heutigen bücherarmen Zeit eine wertvolle Hilfe sein, um sich an Hand der zahlreichen Bilder und Uebersichtstafeln sowie des fünfseitigen Sachverzeichnisses rasch über das Prinzip der wesentlichsten Apparate für irgendeinen Verwendungszweck zu orientieren oder um das Vergessene wieder ins Gedächtnis zurückzurufen.

[BB 707] P. Graßmann

## Unfallverhütung

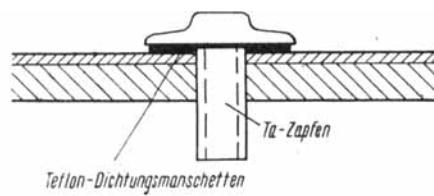
**Vorsicht bei Wiederverwendung ehemaliger Kampfstoffbehälter. (Nachtrag)** Die Mitteilung<sup>15)</sup> ist dahin richtigzustellen, daß das Arbeitsministerium Nordrhein-Westfalen nach Bekanntwerden von mehreren Vergiftungsfällen durch Benutzung nicht gereinigter Lostfässer den Entwurf vorläufiger Richtlinien durch die Sektion IV der Berufsgenossenschaft der chemischen Industrie zusammen mit einem Vertreter der Gewerbeaufsicht veranlaßt hat, die den interessierten Kreisen schnellstens bekanntgegeben wurden, ebenso wie später das Stolzenberg-Verfahren.

Nach Mitteilung des Arbeitsministeriums Nordrhein-Westfalen trifft es nicht zu, daß das erste Verfahren zurückgezogen wurde, nachdem zahlreiche Vergiftungsfälle aufgetreten waren, noch ist dort bisher etwas von Todesfällen bei dem Umgang mit ungenügend gereinigten Behältern bekannt geworden. Im Bereich der Sektion VIII der Berufsgenossenschaft der chemischen Industrie wurde dagegen ein Todesfall dieser Art festgestellt.

Den Betrieben wird empfohlen, sich in allen diesbezüglichen Fragen mit der zuständigen Sektion der Berufsgenossenschaft der Chemischen Industrie oder dem Arbeitsministerium Nordrhein-Westfalen in Verbindung zu setzen.

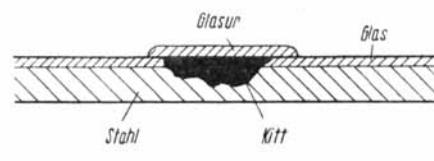
[UV 810] Dr. - Ing. S. Balke

<sup>15)</sup> Diese Ztschr. 19, 224 [1947].



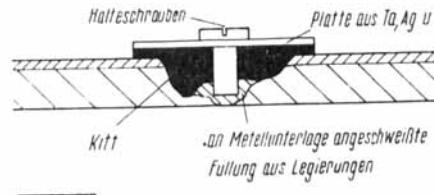
[U 218.1]

Bild 6. Reparatur von Schäden bis 1,3 cm Dmr.



[U 218.2]

Bild 7. Reparatur größerer Schäden bis 4 cm Dmr. mit Kitt und Glasüberzug.



[U 218.3]

Bild 8. Bei Schäden über 4 cm Dmr. wird die Kittfüllung mit Blechen gehalten.

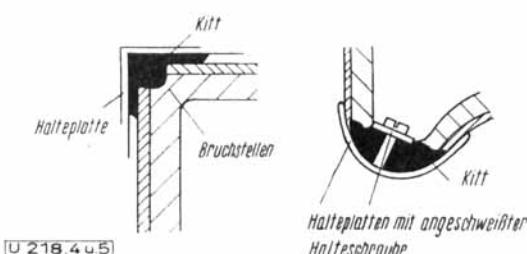


Bild 9 und 10. Reparatur an Ecken und Rundungen.  
Bild 6 bis 10. Reparaturverfahren für Glasverkleidungen.

<sup>14)</sup> E. F. Meier, Chem. Engng. 54, 12; 116/18 [1947].