



1. ersten Größen nach Maßgabe einer der bekannten rechnerischen  
 oder graphischen Ermittlungsverfahren schon so bemessen sind,  
 dass die vierte, die Entnahme, maximal groß wird, d.h., dass  
 die rationell kürzeste Zeit für die Trennung erreicht ist,  
 dann erkennt man leicht, dass beim Übergang zu einer ähnlichen  
 Aufgabe, aber mit  $1/n$  des zuerst angenommenen Anreicherungs-  
 effekts sich die rationell notwendige Zeit mit  $n^2$  verlängern  
 muss. Der kleinere einfache Anreicherungsseffekt erfordert  
 das  $n$ -fache Rücklaufverhältnis und die  $n$ -fache Bodenzahl.  
 Das größere Rücklaufverhältnis verleinert die Entnahme direkt,  
 die größere Bodenzahl noch einmal indirekt, weil der Betriebs-  
 inhalt nur durch eine Verleinering des Querschnitts, bzw.  
 des Rücklaufs konstant gehalten werden kann. Die Erfahrung  
 lehrt denn auch, dass die unvorteilhafte, bis zu einem kleinen  
 einfachen Anreicherungsseffekte durch Multiplikation in Gegen-  
 strömstromtausch zu weitgehenden Verbesserungen ausnutzen kann,  
 durch die unerträglich lang werdenden Zeiten gesteckt ist.  
 Nebenher Änderungen der Einsatzmenge, die bei analytischen  
 Aufgaben oft erforderlich sind, sind sich als rationell notwendige  
 Zeit als invariant. Fortschritt ist nur möglich, wenn es  
 gelingt, den quotierten Bodenzahl  $\cdot$  Rücklaufmenge  
 Betriebsinhalt  $\cdot$  Zeit zu vergrößern.  
 Das enthält nun auch die Zeit als einseitig  
 dass die Bodenzahl mit der Menge, die durchlaufmenge pro Zeit  
 mit dem Querschnitt und dem Betriebsinhalt mit der Ladung des  
 Austauschens proportional geht, wie wir das z.B. bei der  
 kontinuierlichen Destillation eines Gemisches es häufiger Stoffe in  
 einem Arbeitsgang ohne Landungzeit des Rücklaufs ver-  
 wirklicht denken können, charakterisiert der Quotient den Aus-  
 tauschvorgang und hängt von der Größe und der Form, nur  
 nicht allen Klein gewählten, herausgegriffenen Volumens.  
 Wir soll als die Intensität des Gegenstromtausches bezeichnet  
 werden. Diese Kenngröße ist das Maß dafür, bis zu welchem, durch  
 den einfachen Anreicherungsseffekt und die getrennte Wirkelt  
 bestehenden Schwierigkeitsgrad Kreisläufe in einer ertäglichen  
 Zeit durchgeführt werden können. Gegenstromtauschen sollten  
 durch die Intensität als ihre allgemeinste Kenngröße verstanden  
 werden, während alle darin eingehenden Einzelheiten betriebsmäßig

und weitere wie die Bauhöhe und der Staudruck sich schon auf  
speziellere Anforderungen beziehen.

Die Schwierigkeit der multiplikativen Extraktion von Flüssig-  
keitsgemischen besteht nun darin, dass die Intensität des Aus-  
tausches zwischen zwei gegen einander fließenden Flüssigkeiten  
bei den bislang versuchten Verfahren einige hundertmal kleiner  
ist als beim Austausch von Flüssigkeit gegen Dampf. Man ist  
deshalb auf die besten durchführbaren Verfahren beschränkt und  
bevorzugt dabei mit Recht die Manipulation mit einigen Scheide-  
trichtern. Den Ursachen der geringen Intensität nachzugehen  
und die Wege zur Verbesserung zu zeigen, wird Aufgabe einer  
besonderen Untersuchung sein. Sie wird sich vornehmlich den  
Einfluss des Verhältnisses von Oberfläche zum Volumen, Diffusions-  
geschwindigkeit u. a. zu einer Dimensionsbestimmung zu verrei-  
chen haben und dadurch methodisch führen. Es sei z. B. nur  
darauf hingewiesen, dass die Behälter, die heute durch  
Vergleichen, dass die Behälter, die heute durch  
viel näher können, weil die Behältermenge vermindert wird  
und die Intensität sich deshalb nicht bessert.

Das bisherige Verfahren, bei dem die Behälter, die heute durch  
früher aufgedrucktes Verfahren verfahrenen lassen, das durch  
einen nachfolgenden die Eigenschaften des Gegenstromverfahrens  
erhalten. Die Phasen fließen, die eine die einen entgegen  
einander von der Tropfenordnung für auf y- oder leitet, damit  
die hier in den sehr leistungsfähigen Bauhöhen auf die einseitige  
Kühler, Kühlung, Kühlung und gleichzeitig die Intensität  
nur entsprechend einflussend zu verfahren. Bei dieser Verfahren  
wird es demnach zu erwarten, dass partiell ineinander wählene  
Stoffe mit einander Temperatur im Lücklichkeit häufig stark,  
oft bis zur lückenlosen Kühlung zu sein, um durch periodisch  
wechselseitige Nutzung und Nutzung der Austausch zu ermöglichen.  
Die Hauptaufgabe des Behälters, die heute durch  
Verfahren, worin die Phasen, die die Abweisung zur Kühlung

und als Folge der gleichzeitig eintretenden Wärmekonvektion, die wesentlich auf dem Querschnitt beschränkt wird, zu weitgehender Durchmischung. Im zweiten Arbeitsgang, der Kühlperiode, bilden sich die Phasen wieder aus und besorgen den Gegenstrom. Ende der Periode während der Verweilzeit der Stoffe in Austauschgeräten sich in einer bestimmten Zahl wiederholt, ergibt sich eine entsprechende Bodenzahl. Der Austausch zwischen zwei flüssigen Phasen ist durch die mit der Aufheizung und Abkühlung verknüpfte Lösung und Neubildung der Phasen ersetzt. Welche Abkühlung und damit werdende Intensität ist an kleinen Verhältniszahlen des Volumens zur Oberfläche und damit an kleinen Abmessungen der Vorrichtung gebunden. Nach diesen Überlegungen ergibt sich die folgende Konstruktion (vgl. Abb. 1).

Als Austauscher (1) dient ein Glasrohr von 7 mm  $\varnothing$  und 1800 mm Länge, das zu einem Winkel von 24° im Bogen gebogen und in einen mit der Kühlflüssigkeit beschickten Glasmantel (2) eingeschmolzen ist. In einem der Kurvenabschnitte, fest in seiner Lage, liegt die aus Widerstandsdraht bestehende Heizwendel (3) mit 3 mm  $\varnothing$  Leitungsdurchmesser. Durch Einschaltung mit einer von der Heizwendel mit anfließendem Kontaktthermometer, einer Schmelzwiderstand und einem Regelwiderstand lässt sich die Heizleistung sowie die Dauer der Heizung sowie Dauer der Abkühlung pausen einregeln. Indem die Heizung gleichzeitig mit der nur einen Teil des Rohrquerschnitts bestreichenden Heizung weiter wirkt, ergibt sich eine lebhaftere Wärmekonvektion, die wegen der schwachen Heizung des Rohrs gegen die Horizontale auf den Querschnitt beschränkt bleibt.

Das nächste Ziel war nun, diesen sehr stetigen Zufluss und Abfluss der Substanzen wirkenden Austauscher so mit einem Vorratsgefäß, mit einer stetig arbeitenden Vorrichtung zur Erzeugung des gelösten Vorbestandes und mit Vorrichtungen zur Rückführung des gelösten Stoffes und des Gelösten zu kombinieren, dass eine derartige Vorrichtung aus der Phase völlige Arbeitweise gewinnbar werde. Die Konstruktion war der Fall eines Lösungsmittels, analoge

das spezifisch schwerer und schwerer flüchtig ist als die zu trennenden Stoffe, ergab die weiteren Einzelheiten der Abb. 1. Die Lösung strömt unten aus dem Austauscher über den Hahn (4) und den Tropfenzähler (5) in den Fraktionierturm (6), in dem das schwerer flüchtige Lösungsmittel von den Extraktstoffen getrennt wird. Von oben fließt der destillierte Extrakt über den Tropfenzähler und Wasserabscheider (7) teils durch die Kapillare (8) unten in den Austauscher zurück, teils durch den Drosselhahn (9) zur Entnahme. Das in den kommunizierenden Gefäßen (10 u. 11) siedende Lösungsmittel wird durch das Destillierrohr (12) als Dampf nach oben geführt, kondensiert, in den U-Rohr (13) vorgekühlt und durch das Absorptionstrümen (14) in das Vorratsgefäß für die zu trennenden Stoffe (15) geleitet, wo es nach Wärmeverbrauch, da bei der Stromaus dem Gefäß sich auslöst und als Lösung wieder von oben in den Austauscher eintritt. Das wärmeisolierte Gefäß (15) dient zur Aufnahme von Substraten, die leicht flüchtige Extraktbestandteile in dem Fraktionierturm des Fraktionierturms (6) zurückzuhalten.

Bei regelmäßiger Fraktionierung wird der Austauscher und die beiden Niedriggefäße mit dem Lösungsmittel, sodann das Vorratsgefäß mit der zu trennenden Mischung gefüllt. Nach dem Zurückhalten des Lösungsmittels wird der Fraktionierturm mit der Mischung gefüllt und durch Abschließen der abdestillierten Extrakt von unten die Rücklauf in den Austauscher und somit die Lösungsmittel entgegen nach oben zum Beginn man mit der Vorratsgefäß bedient das Destillierrohr. Nach einer gewissen Zeit wird die Lösungsmittel mit der Mischung. Die Fraktionierung Verteilung vollzieht sich also weitgehend selbstständig ohne Handhabe. Die Ordnung ist die oben beschriebene. Durch die Größe der Siedebildung in der Gefäß (11) besteht. Die Rücklaufverhältnis wird durch die Drosselung der Drosselhahn (9) geregelt. Die Lösungsmittel Niedriggefäß (10) wird so eingestellt, dass gerade noch kein Lösungsmittel mit dem Extrakt abdestilliert. Wenn der Extrakt abdestilliert wird, wird durch verstellte Ventile bei (10) der Extrakt durch den Destillierrohr abdestilliert und kann der Hahn bei (7) und (9) entnommen werden.

6.

Der Apparat wurde mit Anilin als Lösungsmittel und n-Heptan und Methylcyclohexan als Ion zu trennenden Stoffen erprobt. Die beiden Kohlenwasserstoffe sind für Testversuche besonders geeignet, weil ihre Flüchtigkeit fast die gleiche ist und Verluste durch Verdampfung deshalb nicht zu einer Verfälschung des gegenseitigen Verhältnisses führen können. Es ist aber hervorzuheben, dass es bereits bei diesen Testversuchen gelang, 95 - 97 % der ein ersetzten Kohlenwasserstoffe als lösungsmittelfreien Extrakt wiederzuerhalten, dass also die Verdampfungsverluste sehr gering gehalten werden konnten. Das Mengenverhältnis der Kohlenwasserstoffe wurde durch den Brechungsindex  $n_D^{20}$  gemessen. Da hierbei Anilin mit seinem viel höheren Brechungsindex stören würde, wurde es jedesmal durch Bildung eines Azofarbstoffes kolorimetrisch bestimmt. Da ferner auch ganz geringe Verunreinigungen des Anilins den Brechungsindex im Extrakt stören könnten, wurde ein Versuch mit reinem Methylcyclohexan in Anilin angesetzt. Dabei ergab sich Konstanz des Brechungsindex auf  $\pm 2$  der vierten Dezimale.

Von den Variationsmöglichkeiten konnten bis jetzt nur wenige geprüft werden. Deshalb sind die bis jetzt erreichten Ergebnisse auch noch nicht als die optimalen anzusehen. Der Durchsatz wurde bei Testversuchen auf 0,10 g Gesamtlösung/Sec gehalten, entsprechend  $\sim 500$  sec. Verweilzeit im Austauscher, dessen Reaktionsinhalt 57 ccn,  $d: \sim 52$  g ist. Die Heizperiode wurde auf 15 sec., die Kühlperiode auf  $\sim 20$  min eingestellt. Bei schwacher Heizung (500 Watt), die nicht zur vollständigen Lösung der Phasen ausreichte, ergaben sich nur Bodenzahlen 3 bis 3,5. Bei 700 Watt dagegen, entsprechend einer  $\sim 45$  gradigen Temperaturerhöhung um  $40^\circ$  (3,6 cal/o war als Wärmeleitvermögen des Austauschers gegenüber dem Kühlwasser ausgemessen worden) wurde 7,0 als Bodenzahl erreicht.

Für Berechnung der Bodenzahl wurden die von J.V. Maloney und A.L. Schubert, Trans. Am. Inst. Chem. Eng., 36 (1943) S. 741-757 mitgeteilten Werte der Phasen-Gleichgewichte benutzt.



Zur Bestimmung der Intensität des Gegenstromaustausches in der Zeiteinheit aus dem Durchsatz und dem Betriebsinhalt auf die lösungsmittelfreien Stoffe bezogen werden. Mit der Änderung der Löslichkeit ändern sich beide Größen, aber symmetrisch, so dass der Quotient, auf den es ankommt, unbeeinflusst bleibt. Für reines Methylcyclohexan ergibt sich z. B. als Durchsatz 0,017 g/sec, als Betriebsinhalt 12 g, daraus die Intensität des Gegenstromaustausches in der Zeiteinheit:  $\frac{7 \cdot 0,017}{12} = \sim 0,10$

Zum Vergleich seien die früher an einer Füllkörpersäule mit Helixspiralen gemessenen Werte herangezogen: Durchsatz 0,22/sec, Betriebsinhalt: 32 g, Bodenzahl: 23, Intensität des Gegenstromaustausches in der Zeiteinheit:  $\sim 0,16$ . Der erreichte Wert für die Flüssigkeitsreaktion ist also noch 16 mal schlechter als der einer guten Füllkörpersäule und begrenzt also das Verfahren auf vier mal größere einfache Anreicherungsstufen als bei der Destillation. Immerhin ist der erreichte Wert auch um mindestens eine Größenordnung besser als bei den bislang gekannten Verfahren und erschließt die Möglichkeit, leichtere Trennungen durchzuführen. Der entwickelte Apparat kann auch, namentlich, wenn er für leichter als das Extraktionsgut siedende Lösungsmittel eingerichtet ist, zu Modellversuchen für technische Trennverfahren dienen. In der technischen Praxis sollte man ja die bereits erwähnte Beständigkeit des Apparates berücksichtigen, d. h. nach Ablauf und nach dem Modellversuch die führende Trennung wird ohne weiteres anzeigen, was mit den zu untersuchenden Lösungen ein- und bei der gegebenen Temperatur mit den heute üblichen <sup>Führerwert</sup> ~~Werten~~ bestenfalls erreicht werden kann.

Fig. 2 zeigt den Verlauf der Trennung der Mischung von n-Heptan mit 57 % Methylcyclohexan mit Anilin als Lösungsmittel, die in 10 Stunden durchgeführt wurde.

Die Trennung der Flüssigkeitsgemische im Dreistoffsystem Anilin-n-Heptan-Methylcyclohexan bei verschiedenen Temperaturen zwischen 0 und 50° wurde, beginnend bei 12,5° in Angriff genommen. Über die Methodik soll später berichtet werden.





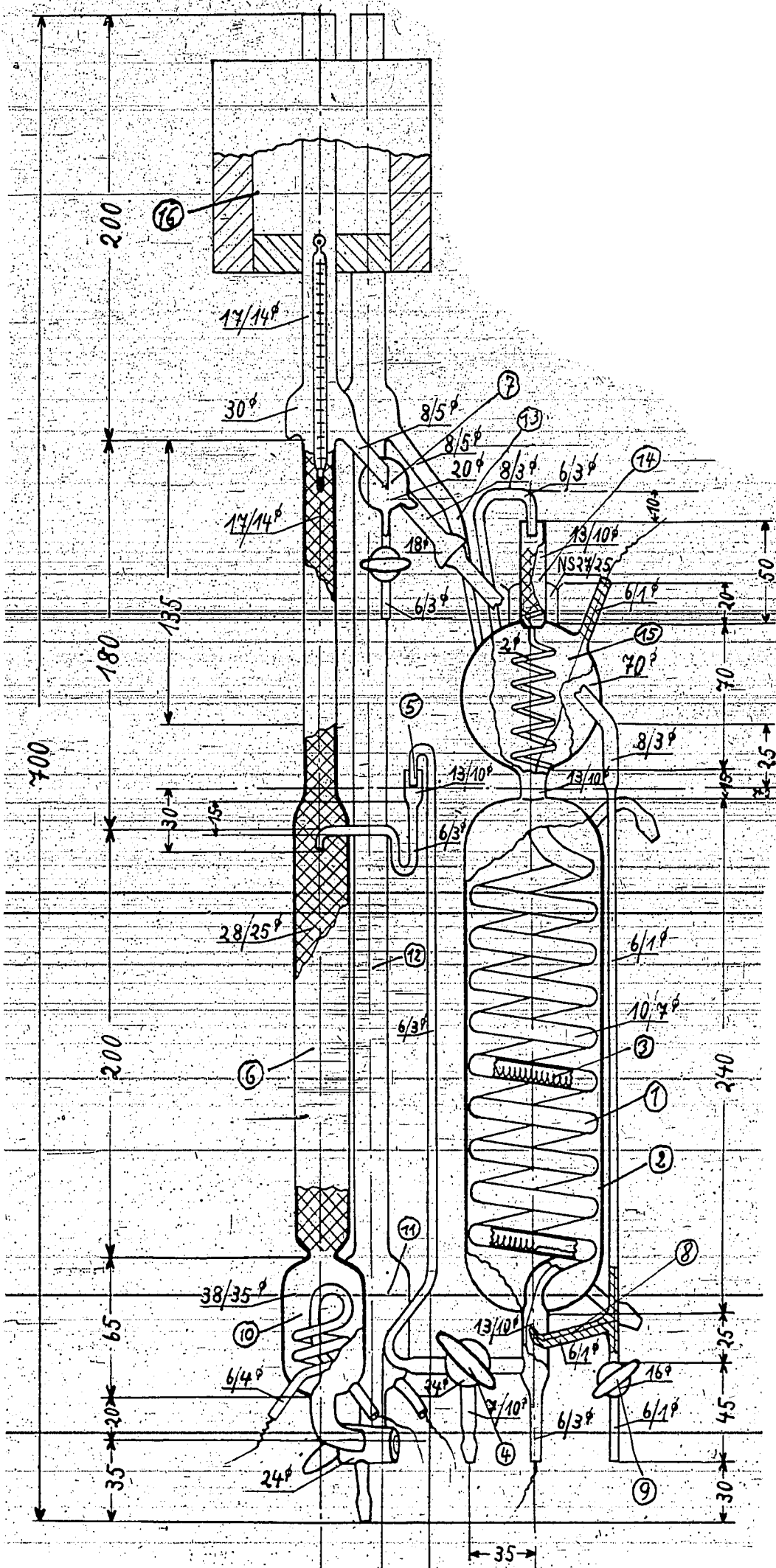
Tabelle 1 zeigt die Versuchsergebnisse bei n-Dekan und -nolin, deren Dampfdrucke bis zum Atmosphärendruck gemessen werden konnten, errechnen sich nach der vereinfachten Clausius-Clapayron'schen Gleichung bei den Siedepunkten die Verdampfungswärmen 10170 bzw. 10320 cal/mol und daraus die Trouton'schen Konstanten 22,4 und 23,7. Diese Werte sind noch zu hoch, weil die Dampfvolumente kleiner als die eines idealen Gases sein dürften.

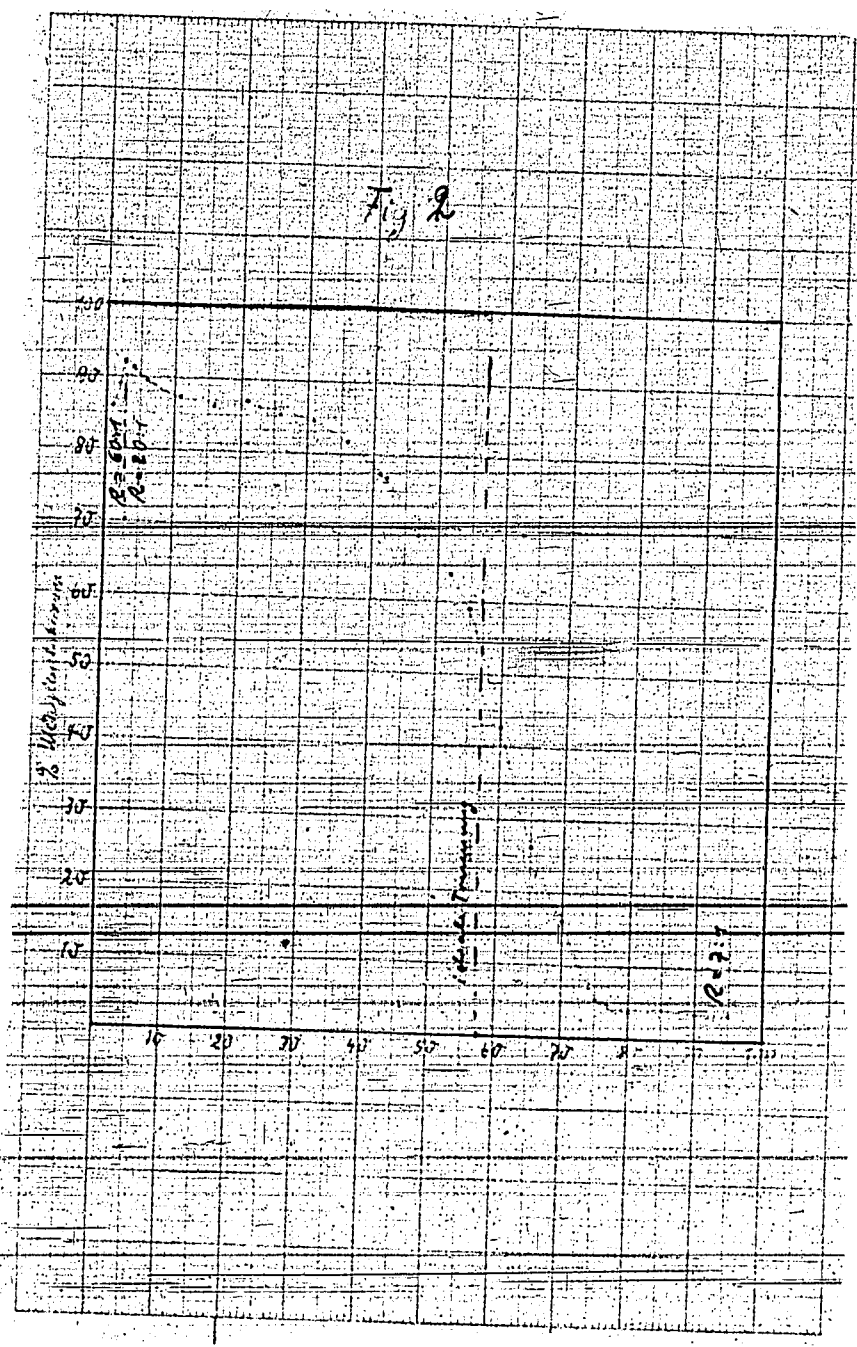
## Tabelle 1

## Dampfdruckmessungen

a) 1,4-Dibenzol,  $n_D^{20} = 1,4400$ 

| Dampfdruck | $p_1$  | $p_2$  | $\log p$ | $\frac{1}{T} \cdot 10^3$ |
|------------|--------|--------|----------|--------------------------|
| 9,25       | 102,50 | 375,70 | 0,955    | 0,002660                 |
| 17,7       | 114,10 | 387,50 | 1,041    | 2582                     |
| 34,8       | 127,67 | 400,67 | 1,542    | 2456                     |
| 58,4       | 138,50 | 401,70 | 1,561    | 2494                     |
| 77,8       | 145,00 | 410,00 | 1,596    | 2390                     |
| 148,6      | 161,05 | 431,25 | 2,172    | 2,05                     |
| b) Anilin  |        |        |          |                          |
| 9,4        | 60,00  | 341,20 | 0,975    | 0,002950                 |
| 19,1       | 62,07  | 355,27 | 1,254    | 2314                     |
| 38,7       | 62,66  | 369,00 | 1,382    | 2710                     |
| 64,6       | 115,63 | 370,00 | 1,5274   | 2571                     |
| 91,7       | 150,89 | 440,00 | 2,1040   | 2260                     |
| 117,7      | 170,02 | 445,22 | 2,2140   | 2256                     |
| 150,8      | 183,60 | 450,00 | 2,3755   | 2160                     |
| c) Benzol  |        |        |          |                          |
| 9,7        | 54,55  | 327,35 | 0,940    | 0,003050                 |
| 17,9       | 60,70  | 341,00 | 1,250    | 2307                     |
| 39,3       | 65,25  | 352,50 | 1,397    | 2705                     |
| 73,2       | 101,00 | 375,10 | 1,645    | 2537                     |
| 147,2      | 140,62 | 382,02 | 2,163    | 2531                     |
| 210,1      | 141,00 | 411,00 | 2,407    | 2400                     |
| 327,8      | 156,37 | 422,77 | 2,750    | 2275                     |
| 471,2      | 173,55 | 440,75 | 2,843    | 2250                     |





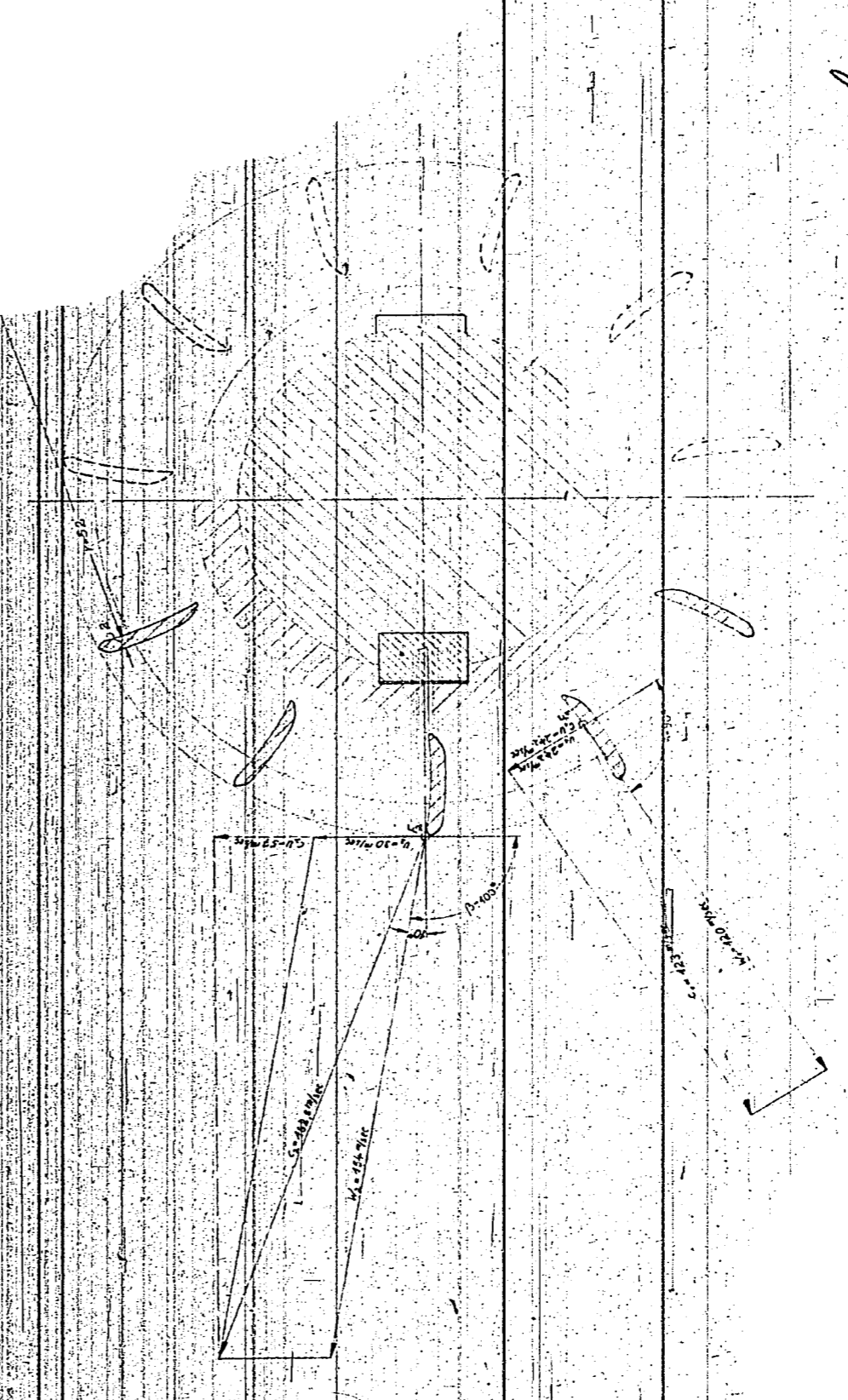
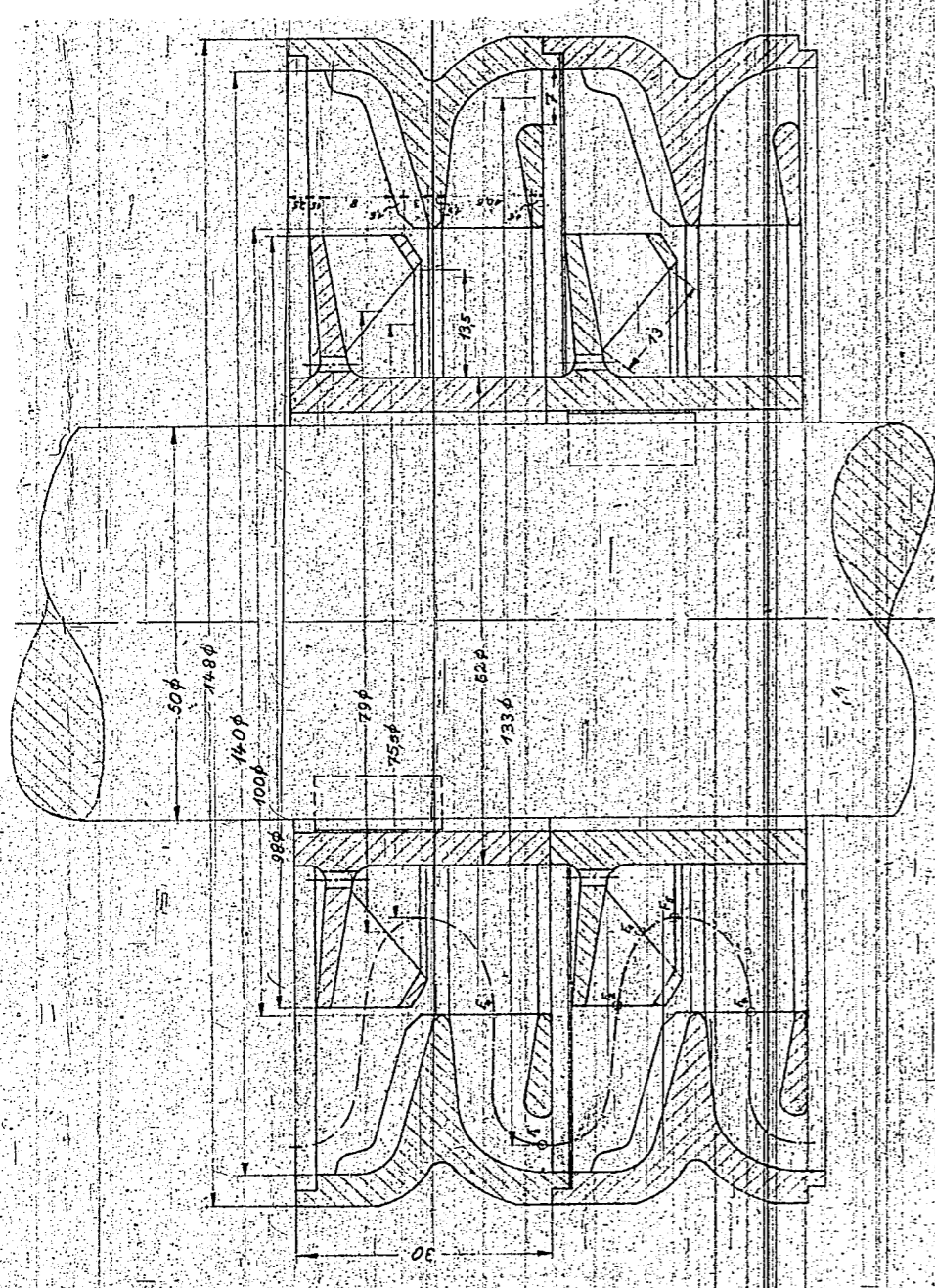
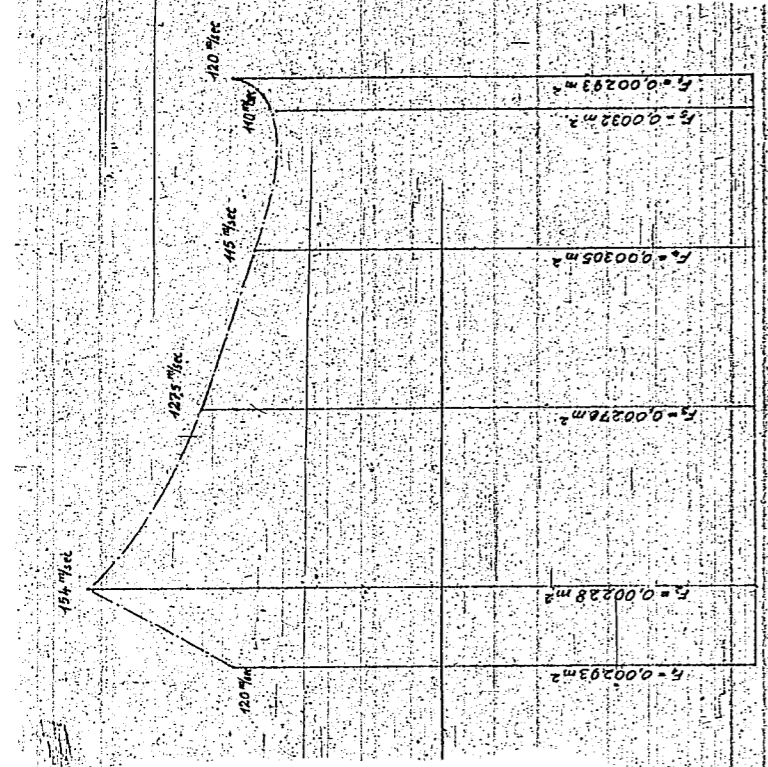




NW 150

$D_{11} = 1600 \frac{Um}{Min}$   
 $D_{12} = 4750 : 7900 \frac{Um}{Min}$   
 $Bel. u. = 30 \frac{m}{sec} = 5850 \frac{Um}{Min}$   
 $u_1 = 242 \cdot = 5850$   
 $u_2 = 10 \cdot = 1950$   
 $u_3 = 807 \cdot = 4950$

Maßstärke der Schaufeln 2 mm (Laufrad + Mitschaufeln)  
 Betriebsdruck: 5 mm Hg  
 35 Teller, Mat. Ge



|   |                                |   |       |
|---|--------------------------------|---|-------|
| Werk<br>SCHMIDAU<br>12435   |                                | ... mit, Probe...<br>... alt, Probe...            |       |
| ISA-Produkt<br>Einheitsbohrung  | Bezeichnung<br>Einheitsbohrung | ... mit, Probe...<br>... alt, Probe...            |       |
| Fig. 1  | Blatt 1                        | Zirk. Sch. 12435                                  |       |
| gezeichnet<br>geprüft   | gezeichnet<br>geprüft          | Hauptz. Nr.<br>Eing. 26 JUN 1911                  |       |
| Maßstab<br>2:1  |                                | Bau-Verf. G. m. b. H.<br>Schäffler & Co. Nürnberg |       |
| Alle Maße sind in Millimetern angegeben. Die auf einer Zeichnung angegebene Maßzahl ist diejenige, die bei der Ausführung zu verwenden ist. |                                | S 5457-2  |       |
| Für die Ausführung eines Preisangebots ist die Zeichnung zu lesen. Die Ausführung ist nach den Angaben zu erfolgen.                         |                                | Erstellt von<br>Geprüft von                       |       |
| Maß   | Fig.                           | Blatt   | Blatt |