

Zeitschrift für angewandte Chemie.

1893. Heft 2.

Salpetersäure-Condensator mit Wasser- kühlung.

Von
Oscar Guttmann.

Die in Heft 18 vorig. Jahrg. d. Z. mitgetheilte patentirte Form der Guttmann-Rohrmann'schen Salpetersäure-Batterie wurde bisher vielfach ausgeführt, und hat

zeitweilig abzuschliessen und eine Probe zu entnehmen, ein Schauglas *i* erlaubt die Beobachtung der Condensation, eine Rohrleitung *j'* verbindet das Sammelgefäß mit dem Thurme. Die in der Batterie nicht condensirten Gase gehen nach dem Lunge-Rohrmann'schen Thurme *H* und die letzten Spuren durch den Tourille *J* in die Schornsteinleitung *K*.

Eine wichtige Function fällt dem Injec-

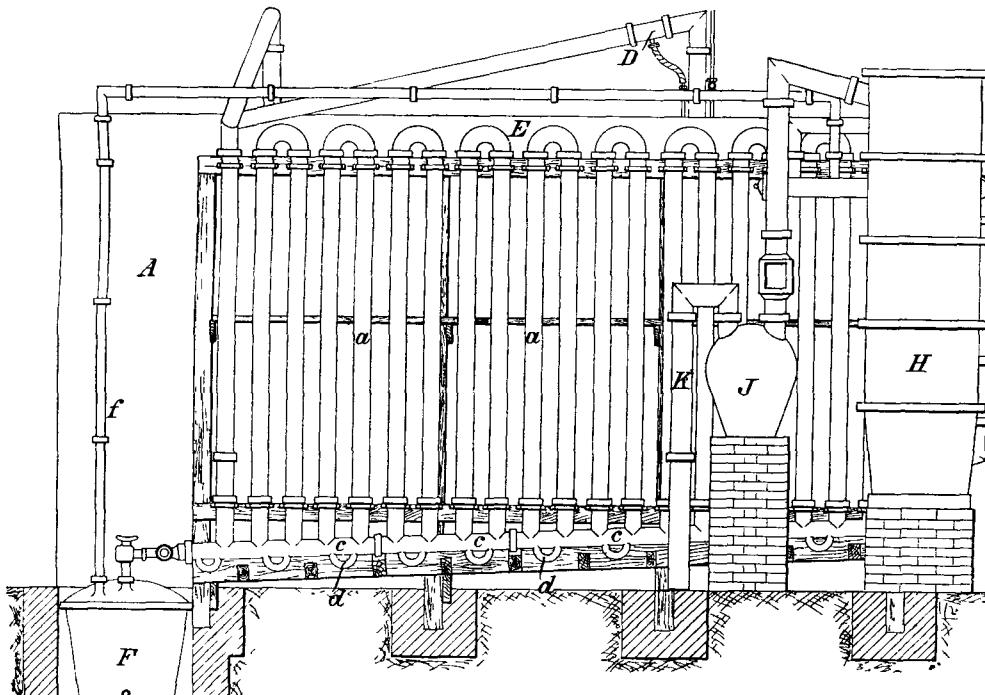


Fig. 22.

sich insbesondere in Verbindung mit einem zum Patente angemeldeten Verfahren zur Erzeugung reiner Salpetersäure vorzüglich bewährt. Fig. 22 gibt eine allgemeine Idee derselben. *a* sind die Röhren zur Condensation der Salpetersäure, *c* die Kammerrohre, deren Kammern durch die kleinen Bögen *a'* mit einander verbunden sind, so dass die Gase durch die Bögen *b* von einer Kammer in die andere treten, die condensirte Säure jedoch unmittelbar in das Sammelgefäß *F* fliesst, ohne die Kammerrohre anzufüllen und die Säure mit den Gasen in Berührung zu lassen. Ein T-Stück *f* mit den Hähnen *h* gestattet, den Zufluss zum Sammelgefässe

tor *D* zu. Wie bekannt, lässt sich bei der Destillation von Salpetersäure die Bildung von Unteralpetersäure nicht vermeiden, und ihre Menge wird um so grösser sein, je stärker die Salpetersäure ausfallen soll. Um diese Unteralpetersäure zu entfernen, hat man bisher zu einem langen und kostspieligen Bleichen der Salpetersäure sich bequemen müssen, wobei die Säure in einem Wasserbade erwärmt und durch Einblasen von Luft die Unteralpetersäure verjagt wurde. Hierdurch fällt die Stärke der Salpetersäure und entsteht ein kleiner Verlust. Bekanntlich lässt sich aber Unteralpetersäure durch Luft und Wasser auch wieder

in Salpetersäure verwandeln, und darauf beruht das neue Verfahren. Es wird nämlich in den Fuchs der Retorte eine kleine, aus Glasröhren gebogene Heizschlange eingelegt, durch welche man Pressluft leitet. Die Schlange ist so bemessen, dass die Luft aus derselben mit 70 bis 80° tritt. Diese erwärmte Luft wird in den Injector D geführt, welcher sich so nahe als möglich an der Retorte befindet, damit die Luft mit den Gasen in Berührung komme, ehe noch ein Theil derselben Zeit hatte, sich zu kondensiren. Die Retortengase sind natürlich ein Gemisch von (bei Erzeugung hochconcentrirter Säure) etwa 90 Proc. Salpetersäure, 2 bis 3 Proc. Untersalpetersäure und 7 bis 8 Proc. Wasser, sämmtlich in Dampfform, und es ist damit die günstigste Bedingung für die Einwirkung der erwärmten Luft gegeben. Die Umwandlung der Untersalpetersäure erfolgt auf Kosten eines Theiles des Wasserdampfes, während der Rest, wie bei früherer Gelegenheit erklärt, zum grössten Theile nach dem Thurm entweicht.

Durch dieses Verfahren werden mehrere Vortheile erreicht. Der Injector übt einen verstärkten Zug auf die Retorte aus, so dass die Destillation bei niedrigerer Temperatur erfolgt. Hierdurch wird weniger Wasser verdampft, und da auch die Umwandlung der Untersalpetersäure Wasser entzieht, so resultirt die gesammte Säure in einer Stärke von über 96 Proc. Monohydrat. Gleichzeitig wird die Untersalpetersäure selbst bei starker Feuerung 1 Proc. nicht übersteigen, gewöhnlich beträgt sie 0,75 Proc. Der Kohlenverbrauch vermindert sich gleichfalls bedeutend. In Folge der hohen Concentration der Säure gehen etwa 5 Proc. des erzielbaren Quantum in den Lunge-Rohrmann'schen Thurm, dessen ausgezeichnete Function es ermöglicht, bei entsprechender Regelung 40° Salpetersäure daraus zu gewinnen.

So gut auch diese Salpetersäure-Batterie arbeitet, und so unentbehrlich sie z. B. bei der Denitirung von Abfallsäuren, bei der Erzeugung von Arsensäure u. dgl. ist, wo eine recht lange Berührung der Gase mit Luft Bedingung ist, so lässt es sich doch nicht verhehlen, dass sie für den gewöhnlichen Betrieb einer Salpetersäurefabrik, besonders wo schwächere Säure erzeugt werden soll, ziemlich kostspielig ist, und dass die Vortheile höherer Concentration und grösserer Reinheit nicht überall für die theurere Anlage von vorne herein maassgebend sind. Das in Bezug auf Widerstand gegen wechselnde Temperaturen und hinsichtlich der Dichtigkeit seines Gefüges geradezu einzige Thon-

material von Rohrmann gestattete nun, die Batterie wesentlich umzugestalten und auf Wasserkühlung einzurichten.

Fig. 23 zeigt einen Doppelcondensator mit Wasserkühlung. Derselbe ist für zwei Retorten von je 600 k Salpeterfüllung bestimmt und seit 3 Monaten in ununterbrochenem Betriebe. Wie man sieht, ist die Anzahl der Rohre von 20 auf 5 herabgesetzt, welche am Boden durch ein einziges Kammerrohr und oben durch Bögen verbunden

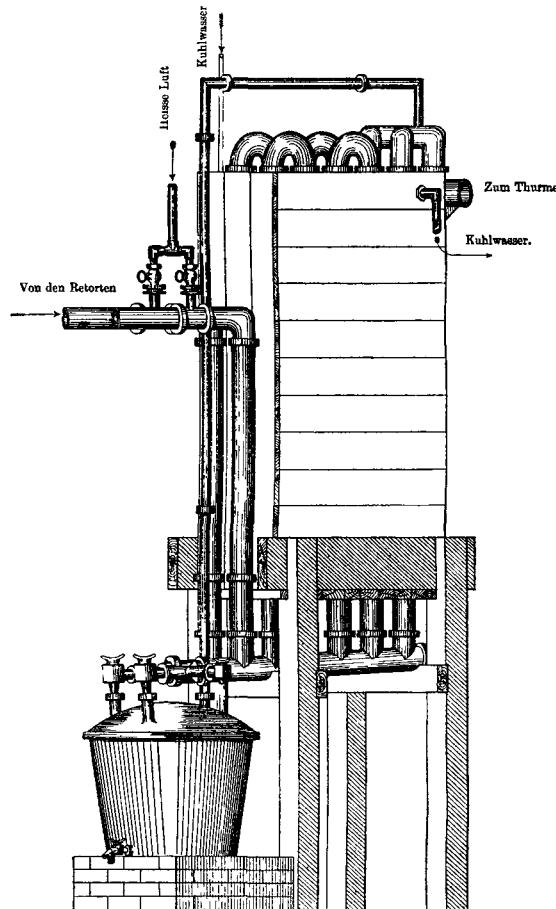


Fig. 23.

sind. Die Anordnung der Injectoren, der Ablass- und Probihähne, des Sammelgefäßes und der Leitungen zum Lunge-Rohrmann'schen Thurm bleibt dieselbe. Dagegen sind die Rohre allseitig von einem dichten Holzkasten umschlossen, in welchen kaltes Wasser auf den Grund eintritt und ihn oben verlässt. Das Gestelle des Holzkastens ist von den Rohren unabhängig, so dass sie nur den Wasserdruck auszuhalten haben, und außerdem ist das Kammerrohr dadurch entlastet, dass die Muffen der Rohre auf einem mit entsprechenden Löchern versehenen Brett im Holzkasten aufruhen. Die Dichtung der Rohre gegen den Holzkasten ist in der

Zeichnung nicht gezeigt. Sie besteht aus 13 mm dicken Gummiringen, welche sich eng an das Rohr schliessen, und durch eiserne Flanschen so zusammengepresst werden, dass sie einerseits gegen den Holzkasten und andererseits gegen das Rohr vollständig abdichten. Thatsächlich füllen sie selbst etwaige Ungleichheiten im Rohre (wenn es beim Brennen ein wenig oval wurde) vollkommen aus, so dass kein Tropfen vorkommt.

Die mit diesen Condensatoren erzielten Vortheile sind ganz bedeutend. Volle 98 Proc. des theoretischen Ergebnisses an Salpetersäure werden als Säure von ungefähr 96 Proc. Monohydrat gewonnen, und nur etwa 2 Proc. werden im Thurme als Säure von 40° B. aufgefangen. Es ist also eine Vermehrung der Ausbeute an starker Säure von über 3 Proc. eingetreten. Man sollte nun glauben, dass durch diese rasche Condensation weniger Wasserdampf nach dem Thurme ginge und die Säure dadurch schwächer werden müsste; dem ist aber nicht so. Die plötzliche Verdichtung erleichtert die Arbeit des Injectors und verursacht stärkeren Zug auf die Retorte, so dass die Destillationstemperatur noch niedriger wird und noch weniger Wasser verdampft. Thatsächlich konnte der Kohlenverbrauch auf 125 k pro Charge herabgesetzt werden, was ungefähr 1 k Kohle für 3,5 k hochconcentrirter Säure entspricht. Dagegen ist der Gehalt an Unteralpetersäure etwas höher, weil nicht so viel Zeit zur Einwirkung gegeben ist, er übersteigt aber doch nicht 1 Proc.

Der Verbrauch an Kühlwasser und Luft ist ganz unbedeutend. Von ersterem genügen stündlich 1,5 bis 2 hl (für einen Doppelcondensator) und an Pressluft werden je etwa 2 cbm (4 At. Spannung) verbraucht. Die Dauer der Destillation ist gleichfalls herabgesetzt, sie beträgt 9 bis 11 Stunden. Sowohl die lothrechten Rohre wie das Kammerrohr bleiben ganz kühl, höchstens handwarm, so dass ein Springen fast ausgeschlossen ist.

Die Condensatoren nehmen nur einen ganz geringen Raum ein; für einen Doppelcondensator einschliesslich des Sammelgefäßes sind blos 2,45 m Länge, 0,95 m Breite und 4,25 m Höhe erforderlich¹⁾.

¹⁾ Der Bezugspreis ist auch auf die Hälfe hinabgesunken. Die Firma Ludwig Rohrmann in Krauschwitz bei Muskau liefert einen Condensator für zwei Retorten complet mit Injector, Sammelfäß u. s. w. für 1600 M. und die Kosten des Gestelles, Holzkastens, Gummiringe, Flanschen u. s. w. betragen etwa 200 Mk. so dass die Totalkosten pro Retorte von 600 k Salpeterbeschickung etwa 900 M. ausmachen.

Gleich günstige Resultate werden mit diesen Condensatoren bei der Erzeugung mindergrädiger Salpetersäure erzielt, und es genügt, eine Abzweigung des Warmluftrohres in das Sammelgefäß zu führen, um mit einem ganz geringen Luftstrom auch die letzten Spuren Untersalpetersäure während der Destillation zu verjagen, so dass ganz weisse Säure resultirt.

London, December 1892.

Ein Volumenometer für die Ermittlung des Volumens grösserer Proben, besonders von Bodenproben.

Von
Br. Tacke.

Bei der analytischen Untersuchung des Ackerbodens genügt es in vielen Fällen nicht, die procentische Zusammensetzung allein zu bestimmen, es ist vielmehr, um ein einigermassen sicheres Urtheil über seinen Culturwerth zu erlangen, nöthig, die absolute Menge der in einem gewissen Bodenvolumen, zum Beispiel einer Bodenschicht von 1 ha Ausdehnung und bestimmter Mächtigkeit, vorhandenen Pflanzennährstoffe kennen zu lernen. Ganz unerlässlich ist diese Ermittlung bei der Analyse von Moorproben, will man sich nicht bei der auf den analytischen Ergebnissen fußenden Beurtheilung des Werthes der betreffenden Moorflächen den ärgsten Täuschungen aussetzen. Es kann z. B. der absolute Vorrath an Stickstoff, Kalk u. s. w. in einem bestimmten Volumen eines Moorbodens in natürlichem Zustande nur einen Bruchtheil der Menge betragen, die in demselben Volumen eines anderen Moores von sogar noch geringerer prozentischer Zusammensetzung vorhanden ist, weil das letztgenannte viel besser zersetzt, dichter gelagert, mit mineralischen Bestandtheilen vermischt, in Folge dessen das Gewicht der in einem bestimmten Raum vorhandenen Moormasse viel grösser und dementsprechend die in demselben Volumen vorhandene absolute Menge an Pflanzennährstoffen höher ist. Um diese Berechnung ausführen zu können, ist es nöthig, das Volumengewicht oder das scheinbare specifische Gewicht der Proben festzustellen. Bislang wurde bei der Untersuchung des Moorbodens im Laboratorium der Moor-Versuchs-Station in der Art verfahren, dass ein Würfel von 5, 10 oder 15 cm Kante mittels einer Blechform