

Zeitschrift für angewandte Chemie.

XIX. Jahrgang.

Heft 30.

27. Juli 1906.

Alleinige Annahme von Inseraten bei den Annoncenexpeditionen von August Scherl G. m. b. H., und Daube & Co., G. m. b. H., Berlin SW. 12, Zimmerstr. 37—41

sowie in deren Filialen: **Bremen**, Obernstr. 16. **Breisach**, Schweidnitzerstr. 11. **Dresden**, Seestr. 1. **Elberfeld**, Herzogstr. 38. **Frankfurt a. M.**, Kaiserstr. 10. **Hamburg**, Alter Wall 78. **Hannover**, Georgstr. 39. **Kassel**, Obere Königstr. 27. **Köln a. Rh.**, Hohestr. 145. **Leipzig**, Petersstr. 19, I. **Magdeburg**, Breiteweg 184, I. **München**, Kaufingerstraße 26 (Domfreiheit). **Nürnberg**, Kaiserstraße Ecke Fleischbrücke. **Stuttgart**, Königstr. 11, I. **Wien I**, Graben 28.

Der Insertionspreis beträgt pro mm Höhe bei 45 mm Breite (3 gespalten) 15 Pfennige, auf den beiden äußeren Umschlagseiten 20 Pfennige. Bei Wiederholungen tritt entsprechender Rabatt ein. Beilagen werden pro 1000 Stück mit 10,50 M für 5 Gramm Gewicht berechnet; für schwere Beilagen tritt besondere Vereinbarung ein.

I N H A L T:

Th. Meyer: Das Gasfilter in der chemischen Industrie 1313.

M. Klar: Neuerungen auf dem Gebiete der Holzverkohlung 1319.

Th. Fischer: Der Erstarrungsgrad von Paraffin 1323.

F. Henrich: Versuche mit frisch geflossener Vesuvulava, ein Beitrag zur Kenntnis der Fumarolentätigkeit 1326.

M. Busch: Neue Methode zur Bestimmung des Stickstoffgehaltes der Nitrozellulose 1329.

L. Deutsch: Zuschrift an die Redaktion 1329.

Sitzungsberichte.

Chemische Gesellschaft Heidelberg 1330.

Referate:

Agrikulturchemie 1331; — Chemie der Nahrungs- und Genußmittel, Wasserversorgung, Hygiene 1334.

Wirtschaftlich-gewerblicher Teil:

Tagesgeschichtliche und Handelsrundschau: Die Gewerbeinspektion in Preußen im Jahre 1905 1335; — Erkrankungsverhältnisse in einigen chemischen Betrieben 1336; — Neu-York; — Die Produktion von Spelter (Zink); — Arsenik in Frankreich 1337; — Die Kohlenförderung in Rußland; — Berlin; — Bern; — Bremen; — Düsseldorf; — Handelsnotizen 1338; — Aus anderen Vereinen: Der Deutsche Apothekerverein; — Gesellschaft Deutscher Naturforscher und Ärzte; — Personalnotizen; — Neue Bücher 1339; — Bücherbesprechungen 1340; — Patentlisten 1341.

Das Gasfilter in der chemischen Industrie.

Von Dr. THEODOR MEYER.

(Eingeg. d. 27./4. 1906.)

Die Filtration von Gasen bezweckt deren Trennung von mechanisch in ihnen suspendierten Stoffen; in manchen Fällen ist sie verknüpft mit einer Reinigung durch chemische Absorption eines Bestandteils, doch ist diese dann natürlich in die Bezeichnung Filtration nicht mit einzubegreifen.

Die mechanisch suspendierten Stoffe können entweder von fester oder von flüssiger Form sein, ja in besonderen Fällen sogar von gasförmigem, insofern sie sich nämlich in der suspendierten Flüssigkeit gelöst befinden.

Wenn wir uns beschränken auf solche Fälle der Gasreinigung, bei denen chemische und thermische Einwirkungen im Spiel sind, also z. B. abscheiden von der Filtration von Luft — etwa für Preßlufterzeugung — durch Flanelltücher und dgl., so kommt für die Abscheidung fester Stoffe aus Gasen heutzutage in der Regel nicht die Filtration in Anwendung¹⁾, und wo dies doch der Fall ist, pflegt es sich mehr um eine wenn auch gern gesehene Nebenwirkung zu handeln, wie z. B. bei der Eisenoxydkata-

lyse des Vereins chemischer Fabriken in Mannheim, die bekanntlich darin besteht, daß die den Kiesöfen entströmenden staubigen Röstgase eine Schicht glühender Stückkiesabbrände von gewisser Höhe durchströmen. Die gewöhnlichen Mittel, welche für die Trennung von Gasen und suspendierten festen Substanzen — Staub, Flugstaub, Hüttenrauch — gebraucht werden, sind vielmehr entweder Staubkammern oder Zentrifugalreiniger, wie die bekannten Staubkollektoren und die Zykloone. Das Prinzip der erstenen Gattung von Apparaten beruht darauf, die Wirkung der Gravitation auf die Staubpartikel zu steigern durch bedeutende Vergrößerung des Querschnitts des Gastromes, also Verminderung seiner Geschwindigkeit, sowie durch öfteren Richtungswechsel; ferner auf der Begünstigung der Adhäsionswirkung durch möglichst reichlich dargebotene rauhe Flächen. Bei den Zentrifugalreinigern tritt an die Stelle der Gravitation die Zentrifugalkraft. Übrigens sind manche Vorrichtungen als Kombination der beiden Klassen von Apparaten anzusehen. (O'Briant Staubfänger, Tangentialstaubkammer.)

In manchen Fällen wird die Entfernung des Staubes aus Gasen durch Auswaschen bewirkt, doch handelt sichs auch hier meist um eine Nebenwirkung; ein Beispiel der Art bietet der Gloverturm. Das interessante neue Briant Waschreinigungsverfahren für Hochofengase*) mittels rotierender, mit Wasser benetzter Drahtnetzscheiben ist nicht hierher zu rechnen, weil es sich dabei um chemisch indifferenten Gase handelt, es könnte aber vielleicht in

1) Allerdings empfiehlt die Fabrik von Louis B. Fiechter in Basel ihre mit Staubkollektoren kombinierten maschenlosen „Fiechterfilter“ auch „aus unverbrennbarem und den schwefeligen Säuren widerstehendem Material“, also offenbar Asbestfaser; ob solche sich schon in die Praxis eingeführt und bewährt haben, ist mir nicht bekannt.

*) Siehe diese Z. 18, 1819 (1905).

gewisser Weise anregend und vorbildlich auch für Gasreinigungsverfahren der chemischen Industrie werden.

Die Anwendung filterartiger Apparate zur Reinigung auch heißer und chemisch agierender Gase liegt nun so völlig im Bereich ökonomischer Durchführbarkeit, daß es fast wunderbar erscheinen muß, warum bisher kaum Gebrauch von ihr gemacht ist. Die Staubkammer der Schwefelsäurefabriken z. B. ist ganz gewiß kein so ideal funktionierender Apparat, daß das Bestreben zur Einführung zweckentsprechender Mittel als unnütz anzusehen wäre. Freilich muß zugegeben werden, daß Filter im allgemeinen einen Strömungswiderstand bieten, besonders, wenn sie mit Flugstaub partiell verstopft sind. Wenn aber das Filter beispielsweise gebildet wird durch eine entsprechend große, auf Drehroststäben ruhende Schicht von geeignetem Material — etwa klein gebrochene staubfreie Kohlenschlacke — welche die zu reinigenden Gase in der Richtung von unten nach oben durchströmen, und wenn dann in bestimmten Zeitintervallen die unterste, mit Staub belegte Partie durch Bewegen der Roststäbe entfernt und eine gleiche Menge reines Filtermaterial oben wieder aufgeschüttet wird, so können offenbar größere Strömungswiderstände nicht in Frage kommen; und sollten sie wirklich etwa die Größe des Widerstandes von Glover-, Gay-Lussac- oder Plattentürmen erreichen, so hat das heute wenig mehr zu bedeuten, wo das Arbeiten mit Ventilatoren das Innehalten einer Gasströmung von gleichmäßiger Stärke gewährleistet.

Von weit größerer Wichtigkeit aber als für die Zurückhaltung von Flugstaub ist die Anwendbarkeit des Gasfilters für die Abscheidung von ebel-förnig suspendierten Flüssigkeitsteinen und Dämpfen aus Gasen. Hier, wo ein Ersatz durch Apparate nach Art der für Staubabscheidung dienenden kaum in Frage kommen kann, ist das spezifische Arbeitsgebiet des Gasfilters, mit dem etwas eingehender sich zu beschäftigen, ebenso interessant als lohnend und zeitgemäß sein dürfte.

Jedem Säuretechniker ist bekannt, daß besonders Schwefelsäure in Nebelform überaus schwierig zu kondensieren ist. Solche Schwefelsäurenebel treten aber bei mancherlei industriellen Prozessen auf, so bei der Schwefelsäurekonzentration, beim Kontakt- und beim Bleikammerprozeß, bei der Salzsäurefabrikation. Deutlicher vielleicht, als bei anderen Gelegenheiten, zeigt sich bei der letztgenannten die schwierige Kondensierbarkeit der Schwefelsäuredämpfe: während der Gehalt der der Sulfatmuffel entströmenden Gase an Schwefelsäure geringfügig ist, im Vergleich zum Gehalt an Salzsäure, findet man im Abgas der Kondensation meist mehr H_2SO_4 als HCl.

Der Grund für diese auffällige Widerstandsfähigkeit gegen die gewöhnlichen Kondensationsmittel, wie Abkühlung und reichliche Berührung mit Wasser, liegt zweifellos in der eigentümlichen physikalischen Natur der Nebelbläschen. Wir wissen heute, daß es gar nicht so schwer ist, sie in flüssiger Form niederzuschlagen, wenn man durch Berührung mit scharfen Kanten oder rauen Flächen ihre Hülle zerstört. Der Vergleich mit winzig kleinen Seifen-

blasen dürfte geeignet sein, eine anschauliche Vorstellung von diesem Verhalten zu machen. Die Kraft, welche der Kondensation der Nebel so hartnäckig entgegenwirkt, ist also offenbar die Oberflächenspannung.

Der erste, welcher die eigentümliche Wirkung rauer, scharfkantiger Körper auf nebförmige Schwefelsäure erkannte, und darauf eine erfolgreiche Kondensationsmethode begründete, ist augenscheinlich L. K e ß l e r in Clermont-Ferrand, der bekannte Erfinder des nach ihm benannten Schwefelsäurekonzentrationsapparates. In der über letzteren veröffentlichten Schrift²⁾ ist unter den verschiedenen Problemen, die zu lösen waren, um diese Konzentrationsmethode lebensfähig zu gestalten, ausdrücklich genannt:

„Die Lösung der bisher als praktisch unaufführbar angesehenen Aufgabe der vollkommenen Trennung der Schwefelsäure, welche von dem Dampf mitgeführt und mit dem unkondensierbaren Gas vermischt war.“

Es sei gestattet, auch die in der genannten Schrift gemachten kurzen Angaben über dies erste von L. K e ß l e r konstruierte Gasfilter — von ihm Separator genannt — hierher zu setzen:

„Derselbe besteht aus einer Holzkiste, welche mit Blei ausgelegt ist und mit verschieden großen Koksstücken angefüllt wird, also eine Art Filter bildet. Er beschränkt sich darauf, die Trennung durch Filtrierung bei der Durchquerung der Koksstücken, welche ganz mechanisch die flüssig gewordenen Säuremoleküle zurückhalten, vorzunehmen, genau wie ein gewöhnliches Filter, das auch die festen Bestandteile zurückhält. Diese Säuremoleküle sammeln sich nach Berieselung der Koksstücke unten in dem Behälter, von wo man sie entweder zurück in den Rekuperator oder, wenn man es vorzieht, in den Gloverturm oder sonstwohin durch wasserdichte Räume leiten kann. Sie besitzen gewöhnlich 15—30° Bé. Die Gase und Wasserdämpfe gehen allein ihren Weg und entweichen nach außen.“

In dem beigehefteten Bericht über den Konzentrationsapparat von A. G i r a r d findet sich dann noch die Angabe, daß die Koksstücke Reiskorngröße besitzen, und daß für 1000 kg Säure in 24stündiger Leistung der Kondensator 3 cbm Inhalt haben soll. Zum Verständnis ist außerdem nötig hinzuzufügen, daß zwischen „Rekuperator“ und Gasfilter sich ein kräftiger Dampfinjektor in der Rohrleitung befindet, der einerseits den für die Fortbewegung der Gase nötigen Über- und Unterdruck erzeugt, andererseits die Gase oder richtiger die in ihnen enthaltene Schwefelsäure mit einer gewissen Menge Wasserdampf sättigt. Dieser Umstand ist zweifellos von erheblicher Bedeutung für den Reinigungseffekt. Wäre er es nicht, so würde man zweckmäßig den Injektor durch eine billigere Zugquelle, etwa einen hinter das Filter zu schaltenden Ventilator ersetzen.

Die erste Ausführung der K e ß l e r schen Idee im großen Maßstabe scheint vom Jahre 1891 zu datieren. Später hat auch B e n k e r einen Apparat

²⁾ Der neue Apparat für die Konzentration von Schwefelsäure von L. K e ß l e r. Jena 1901. Druck von H. Costenoble.

ganz ähnlicher Art für seine Konzentrationsapparatur eingeführt. Auch er schreibt „bis auf Reiskorngröße zerkleinerte Koksstücke“ vor^{3).}

Die Prinzipien, nach welchen bei der Anlage von Gasfiltern allgemein zu verfahren ist, sind im wesentlichen folgende:

1. Verhältnismäßig geringe Höhe der Filterschicht, für gewöhnlich etwa 50 bis 100 cm.

2. Verhältnismäßig großer Querschnitt der Filterschicht; bei 50—100 cm Höhe kann man auf 1 cbm Gas pro Minute ungefähr $\frac{1}{2}$ —2 qm Querschnitt rechnen. Dies entspricht, wie aus dem unter 3. Gesagten hervorgeht, einer Strömungsgeschwindigkeit von 6,7—1,7 cm pro Sekunde im freien Filterquerschnitt. Da der Strömungswiderstand der Schichthöhe direkt, dem Querschnitt aber umgekehrt proportional ist, so leuchtet ein, daß mit vermehrter Schichthöhe auch der Querschnitt vergrößert werden muß, wenn der Widerstand unverändert bleiben soll. Andererseits steigt die Leistungsfähigkeit des Filters sowohl mit dem Querschnitt wie mit der Höhe, und zwar soll sie nach Boulovard⁴⁾ bei gleichem Querschnitt der Höhe direkt proportional sein, was aber wahrscheinlich nur für sehr geringe Strömungsgeschwindigkeiten zutrifft.

3. Feinkörnigkeit des Filtermaterials. Auch diese steht natürlich in einem Verhältnis zur Leistungsfähigkeit; eine gewisse Grenze der Feinheit darf aber selbst bei entsprechender Vergrößerung des Filterquerschnitts nicht überschritten werden, weil sonst die Kapillarität des abgeschiedenen Kondensats die Wirkung beeinträchtigt. Ich halte eine Korngröße von 3—5 mm für das richtige Maß. Bei dieser Größe ist das Verhältnis des freien Querschnitts zu dem vom Material erfüllten Querschnitt ziemlich genau wie 1:1, also der freie Querschnitt = der Hälfte vom Querschnitt des Filtergehäuses.

Mit diesen Körnern füllt man nun aber das Filter nicht von unten an, was bei den gewöhnlichen Rostkonstruktionen oder einer gewöhnlichen Bodenlage von groben Stücken sich von selbst verbietet, sondern man schüttet zu unterst etwa eine dünne Lage von 20—30 oder 40 mm Korngröße, darüber eine folgende von 10—20 mm, alsdann noch eine von 5—10 mm und hierauf erst die eigentliche Filterschicht von 3—5 mm. Die drei größeren Lagen mögen eine Gesamthöhe von 15—20 cm ausmachen.

Selbstverständlich muß das Material gut staubfrei sein, was sich beim Trennen in die verschiedenen Korngrößen durch Absieben ja ganz von selbst ergibt.

4. Scharfkantigkeit und Kantentreichtum (Rauheit) der Filterkörner; die Form darf dabei beliebig und unregelmäßig sein.

5. Das Filtermaterial soll hart, nicht zu spröde und möglichst chemisch unangreifbar sein. Wie wir gesehen haben, verwendet Keßler Koks, und in der Tat ist dies Material, wenn seine verunreinigende (z. B. bei Salzsäure) und seine reduzierende chemische Wirkung (z. B. bei Salpetersäure)

nicht in Betracht kommen, sehr gut geeignet, insbesondere sind die gebrochenen Kokskörper von einer Scharfkantigkeit und Rauheit, wie sie die meisten anderen Materialien nicht aufweisen. Als solche sind außerdem in Vorschlag gebracht: Quarz, Volvic-Lava, granulierte Hochofenschlacke, Sand und Sandstein. Der Verein chemischer Fabriken in Mannheim verwendet nach dem Wortlaut seines D. R. P. Nr. 136 097 für die Filtration der halbumgesetzten Gase seines Kontaktprozesses „gekörnte poröse Substanzen oder Fasern oder filzartige Gewebe aus säure- und feuerbeständigem Material, wie z. B. Bimsstein, Asbest und dgl.“ In praxi scheint von Geweben aber kein Gebrauch gemacht, sondern nur Koks und granulierte Hochofenschlacke verwendet zu werden^{5).} In Fällen, wo Koks nicht anwendbar ist, dürfte fein gebrochener Quarz oder ein säurebeständiges Silikat, auch säurefeste Schamotte und Steinzeug sich am besten empfehlen. Natürlich können von letzteren Materialien auch die Abfälle, wenn sie nicht verunreinigt sind, Verwendung finden. Besonders das gegen chemische Einflüsse hervorragend widerstandsfähige Steinzeug, von welchem solche Abfälle in genügenden Mengen zur Verfügung stehen, und das sich recht gut zu kleinen Körnern von splittrigem Bruch zerkleinern läßt, wird sich neben Koks wohl am vorteilhaftesten für die Füllung der Gasfilter eignen.

Eine unangenehme Arbeit ist das Zerkleinern, wenn man keine besonderen Brech- und Siebeinrichtungen dafür besitzt. Es gibt, besonders bei Koks, viel Staub und Abfall, der sich dabei aber wenigstens noch als Brennmateriel verwerten läßt. Der geeignete Apparat zur Zerkleinerung dürften Walzen sein, die mit pyramidenförmigen Vorsprüngen versehen sind.

6. Gestalt des Filters, Gaszufuhr und Ableitung. Keßler sowohl wie Benker geben dem Filter die Form eines rechteckigen Kastens, in welchen das Gas am einen Ende oben ein- und vom anderen Ende unten abströmt. Boulovard konstruiert sein speziell für Salzsäure bestimmtes Filter aus Sandsteinplatten, die zu einem Behälter von sechseckigem Querschnitt vereinigt sind, in dessen Zentrum eine zur Auflage der Deckplatten dienende Säule steht; der Eintritt befindet sich an einer Seite in der Decke, der Austritt an der gegenüber liegenden Seitenwand dicht überm Boden. Wenn auch die gleichmäßige Verteilung des Gases im Filter vielleicht keine sehr große Bedeutung hat, so läßt sie sich doch in einfacher Weise bewirken, wenn man dem Filter kreisförmigen Querschnitt gibt und das Zuleitungsrohr oben an der Seitenwand tangential anbringt, während das Ableitungsrohr entweder mit dem Zentrum des Bodens oder noch besser möglichst gleichmäßig mit der ganzen Bodenfläche verbunden wird.

Die Strömungsrichtung soll stets von oben nach unten gerichtet sein, also umgekehrt wie bei den zur Flugstaubabscheidung dienenden Gasfiltern.

7. Trockenhalten des Filters. Eine Berieselung würde nicht nur das Kondensat un-

³⁾ Hartmann und Benker, diese Z. 16, 1154 (1903).

⁴⁾ Franz. Pat. Nr. 284 139 vom 15./12. 1898.

⁵⁾ F. Winteler, Chem.-Ztg. 30, 87 (1906).
171*

zweckmäßig verdünnen, sondern auch dem Zweck des Apparates entgegenwirken. Für ununterbrochenen Abfluß des abgeschiedenen Kondensats durch ein Siphonrohr muß natürlich gesorgt werden.

8. Material für das Filtergehäuse. Soll das Filter, wie bei K e b l e r und B e n k e r , für die Abgase der Schwefelsäurekonzentration dienen, so läßt sich das Gehäuse in einfacher Weise aus Walzblei anfertigen, und zwar bedarf es dafür keines hölzernen Kastens, sondern es genügt ein mit Boden versehenes Gerippe aus Latten oder Eisenstäben, in welches der Bleibehälter eingesetzt wird. — In der Oleumfabrikation ist Schmiedeeisen das geeignete Material.

Über diese beiden Verwendungszwecke hinaus hat das Gasfilter bisher noch wenig Eingang gefunden, bekannt ist in dieser Hinsicht nur das schon erwähnte Patent von B o u l o u v a r d geworden, doch weiß ich nicht, wie weit es zu praktischer Anwendung gelangt ist, und ebensowenig, welche Resultate dabei erzielt worden sind. Der Patentanspruch lautet:

„Ein Verfahren zur Reinigung von Salzsäuregas, gleichviel welcher Herkunft und Bestimmung, darin bestehend, daß man dies Gas durch eine Schicht von Sand oder einem anderen entsprechend verteilten Material streichen läßt, mit der Absicht, die kondensierbaren Unreinigkeiten (Schwefelsäure, Eisenchlorür usw.), welche mit dem Gas fortgerissen sind, daraus abzuscheiden.“

Nach der Beschreibung scheint es, als ob speziell die Reinigung der zur direkten Benutzung für den D e a c o n s c h e n Chlorprozeß bestimmten Sulfatengase beabsichtigt sei. Unbequem wird die Verwendung des Gasfilters an dieser Stelle immerhin durch die Materialfrage, man muß zu Sandstein oder Volvic-Lava greifen; allerdings ist das gleiche der Fall bei dem sonst an derselben Stelle gebräuchlichen Reinigungsturm, dessen Effekt sicher dem des Filters nicht gleichkommt.

Es kann gar keinem Zweifel unterliegen, daß das Gasfilter noch vielfacher vorteilhafter Anwendungen in der chemischen Industrie fähig ist. Denn es arbeitet ohne Aufsicht und Betriebskosten, und die einmaligen Anschaffungskosten sind gering im Verhältnis zu dem Gewinn, den es an richtiger Stelle zu erbringen vermag. Schon vor 2 Jahren habe ich empfohlen⁶⁾, die Abgase der Schwefelsäurekammer-systeme ein Gasfilter durchstreichen zu lassen. Ein zahlenmäßiges Beispiel möge die Rentabilität hier-von darlegen:

Angenommen sei ein System von 10 000 kg H₂SO₄ Tagesproduktion = 7000 kg Kiesverarbeitung. Wir haben in 24 Stunden 7000 kg = 2450 cbm SO₂, entsprechend 35 000 cbm Röstgas oder 28 000 Kubikmeter Abgas, pro Minute also rund 19 cbm Abgas, und wenn wir dafür ein Gasfilter von 6 m = 28 qm Querschnitt bei 1^{1/2} m Gesamthöhe konstruieren, so ist dies nach reichlich gerechnet. Dasselbe würde 87 qm Blei von 3 mm oder rund 3000 kg erfordern, und seine Anlagekosten würden selbst bei gegenwärtigen hohen Bleipreisen 1200 M nicht übersteigen. 10% Zinsen und Amortisation hiervon ergeben einen täglichen Unkosten-

betrag von 33 Pf. Rechnen wir den Wert der zu gewinnenden nitrosen Schwefelsäure zu 2 M pro 100 kg, so braucht das Filter in 24 Stunden nur 16^{1/2} kg oder 10 l abzuscheiden, d. h. 0,1% der Produktion, um sich zu rentieren; der bei den heute immer strenger werdenden gewerbehygienischen Ansprüchen nicht gering anzuschlagende Vorteil vorzüglich entsäuerter Abgase aber wird kostens-los nebenher erzielt.

Bei der K e b l e r schen Konzentration entweichen die Gase aus dem Gasfilter nach einer mir von zuverlässiger Seite gemachten Mitteilung mit etwa 2^{1/2} g Azidität im cbm. Als ich daher vor die Aufgabe gestellt war, die Abgase von der sogenannten Nebenkondensation des Bisulfat-Salzsäureprozesses unter eine Maximalazidität von 2^{1/2} g im cbm zu bringen, versuchte ich, diese mit Hilfe des Gasfilters zu lösen. Es handelte sich um die während des Entleerens und Chargierens einer Versuchsanlage nach den D. R. P. Nr. 136 9987) und 165 099⁸⁾ durch einen Siegfried-ventilator aus der Sulfatmuffel herausgesaugten, heißen HCl-, SO₂- und SO₃-haltigen Gase, deren Menge etwa 16 cbm pro Minute betrug. Dieselben enthielten beim Austritt aus der Muffel im cbm etwa 60 g HCl, 2 g SO₂ und 3 g SO₃. Sie wurden durch einen mittels K ö r t i n g scher Düsen mit Wasser gespeisten Absorptionsturm geführt und zeigten, nachdem sie den Ventilator passiert hatten, noch einen Aziditätsgrad von 5—6 g SO₃. Es wurde nun hinter den Ventilator in die Abgasleitung noch ein Gasfilter geschaltet von folgender Art:

Das Gehäuse bildete eine hölzerne Bütte von 3 m l. W. und 2 m Höhe, deren Boden mit säurefesten Steinen und Säuremortel gepflastert war, während die Wandung auf der Innenseite nur mit einem Anstrich von Säurekitt (Wasserglas mit Asbestpulver) versehen war. Das Gas wurde oben an der Seitenwand tangential eingeführt und gegenüber seitlich am Boden abgeleitet ins Freie; ein Siphonrohr am Boden diente zur Ableitung der kondensierten Säure. Ein falscher Boden oder Rost war nicht vorhanden, statt dessen war der Boden zu unterst mit einer 13 cm hohen Schicht von Stückkoks bedeckt. Auf dieser ruhte eine 8 cm hohe vermittelnde Koksschicht von 14—40 mm Stückgröße, und darauf folgte dann die eigentliche Filterschicht, bestehend aus 5 cm Höhe von 8—14 mm und je 15 mm Höhe von 5—8 mm und von 3 bis 5 mm Korngroße. Das Verhältnis von 7 qm Querschnitt zu ca. 16 cbm Gas pro Minute entspricht der auf S. 000 gegebenen Regel.

Der Erfolg war ein vollständiger, die Azidität des das Filter verlassenden Gases wurde in keinem Falle über 1^{1/2} g im cbm gefunden, eine Bestimmung ergab sogar nur 0,6 g. Der Unterdruck zwischen Ofen und Rieselturm, welcher zwischen 45 bis 50 mm Wassersäule schwankte, und der etwa 10 mm betragende Überdruck hinter dem Ventilator wurden nicht wahrnehmbar durch die Ein-

⁷⁾ K. Oehler, Verfahren zur Darstellung von Natriumsulfat und konzentriertem Chlorwasserstoffgas. (Übertragen auf Dr. Th e o d o r M e y e r.)

⁸⁾ K. Oehler, Muffelofen für die Darstellung von Sulfat und Salzsäure. (Übertragen auf Dr. Th e o d o r M e y e r.)

⁶⁾ Das Tangentialkammersystem für Schwefelsäurefabrikation. Offenbach 1904, S. 22.

schaltung des Filters verändert. Wenn man sich klar macht, daß das Filter ja $3\frac{1}{2}$ qm freien Querschnitt hat, die Rohrleitungen von 15 cm l. W. dagegen nur 0,018 qm, so kann dies nur selbstverständlich erscheinen, selbst wenn man annehmen will, daß 90% oder mehr vom freien Querschnitt

des Filters durch vermehrte Reibung zwischen den Kokskörnern paralysiert werden.

Menge und Gehalt der während der ersten 5 Wochen nach Ingebrauchnahme vom Filter gelieferten Säure zeigt die nachstehende Tabelle; es ist dazu zu bemerken, daß die Nebenkondensation

Woche	Kondensat Menge in kg	Analyse				Gesamtmenge	
		Grade Bé.	% HCl	% SO ₃	% Rückstd.	kg HCl	kg SO ₃
27./2.—5./3.	46	13,0	6,6	8,0	10	3,0	3,7
6./3.—12./3.	92	15,6	10,6	1,2	7,8	9,8	1,1
13./3.—19./3.	151	18,0	13,2	2,6	4,0	20,0	3,9
20./3.—26./3.	123	19,6	16,7	3,2	4,6	20,5	3,9
27./3.—4./4	131,5	18,7	16,5	2,8	4,5	21,7	3,7

4mal in 24 Stunden, und zwar insgesamt 5 Stunden lang, in Funktion stand, oder in der Woche 27 Stunden. Die ersten 2 Wochen erfolgte eine nur verhältnismäßig geringe Absonderung, weil natürlich der Filterkoks erst bis zum Beharrungszustand mit Säure durchtränkt werden mußte.

Wenn auch die hölzerne Bütte während der Versuche, die etwa ein Jahr währten, ihrem Zweck genügte, so zeigte sich hinterher doch, daß trotz des Schutzanstrichs, der sich auch an mehreren Stellen gelöst hatte, das Holz im Innern stark angegriffen war. Der Verwendung von Holz muß daher selbst für Gase von so geringem Säuregehalt und niedriger Temperatur widerraten werden. Vielleicht würde ein sorgfältig mit säurefesten Steinen und Säuremörtel, in der Art wie die Denitrierungszylinder für Abfallschwefelsäure ausgefütterter Eisenbehälter, dem Zweck genügen. Andernfalls resp. in anderen Fällen wird man zu Sandstein, Volvic-Lava oder zu Steinzeug greifen müssen. Die ersten beiden Materialien sind plump, schwer und stellen sich ziemlich teuer, Steinzeugapparate aber haben den Nachteil, nur in beschränkten Dimensionen hergestellt werden zu können. Dem läßt sich aber in ganz einfacher Weise dadurch abhelfen, daß man zwei oder mehr Steinzeuggefäße parallel zu einer Batterie zusammenschaltet.

Einer derartigen Filterbatterie bediente ich mich für Versuche bei der Salpetersäurekonzentration.

Die betreffende Salpetersäureanlage bestand aus einem Dreirettortenofen nach Patent Übel-Rhenania, Kondensationsapparatur mit Wasserkühlung, Übel'schem Staffelturm mit Füllung von Guttmannschen Kugeln, Siegfried-Ventilator, Gasfilter und Nitroseturm mit Füllung von Lungeschen Platten.

Der Übel'sche Staffelturm, welcher der Oxydation der Untersalpetersäure und ihrer Niederschlagung zu 36—40%iger Salpetersäure dient, unterscheidet sich von anderen für diesen Zweck gebräuchlichen Turmkonstruktionen wesentlich dadurch, daß ihm das Wasser bzw. die dünne Salpetersäure in feiner Zerstäubung, und zwar 3—4mal hintereinander, zugeführt wird; der Turm ist zu dem Zweck in 3—4 „Staffeln“ zerlegt, und in deren

oberem kuppelförmigen Teile sind Preßluftdüsen angebracht, welche die von der nächst höher gelegenen Staffel bzw. vom Reservoir aus zulaufende Flüssigkeit in feinste Tröpfchen zerblasen. Es ist erwiesen, daß dieser Apparat einen erheblich größeren Oxydations- und infolgedessen auch Kondensationseffekt erzielt, als die gewöhnlichen Türme, welche von oben aus berieselt werden; er hat aber den Nachteil, daß die von ihm abströmenden Gase eine erhebliche Menge dünne Säure in feinsten Tröpfchen oder Nebel suspendiert mit fortführen. Ganz abgesehen von dem Verlust an Salpetersäure war speziell im vorliegenden Falle dieser Feuchtigkeitsgehalt aus dem Grunde hinderlich, weil die Gase vor dem Entweichen in den Schornstein noch den Nitroseturm passieren sollten, in dem ihnen die zur Retortenchargierung bestimmte 66%ige Schwefelsäure zu dem Zweck entgegengeführt wurde, um ihnen den kleinen Rest von unoxidiert gebliebener Untersalpetersäure zu entziehen. Natürlich mußte einer Verdünnung dieser Schwefelsäure durch entsprechende Vorkehrung begegnet werden, und als solche wurde die Einschaltung einer Gasfilterbatterie zwischen dem Ventilator, der hinter dem Staffelturm aufgestellt war, und dem Nitroseturm vorgenommen.

Diese Filterbatterie bestand aus 6 Steinzeuggefäßen mit Deckel, deren Durchmesser 120, und deren Höhe 50 cm im Lichten betrug. Die Gaseinführung erfolgte durch den Deckel, die Gasabführung durch ein dicht über dem Boden angesetztes Rohr. Eine etwa 15 cm überm Boden liegende Lochplatte diente als Träger für das Filtermaterial. Dieses bestand aus Kies und Sand, und zwar war die Korngröße wie folgt:

4 cm Schicht von 8—14 mm Durchmesser			
4 "	"	"	5—8 "
7 "	"	"	3—5 "
9 "	"	"	1—4 "
24 "	"	"	in Summe.

Durch die geringe Höhe des Behälters war die Schichthöhe auf dies geringe Maß von 24 cm beschränkt. Nachdem sich aber gezeigt hatte, daß der Strömungswiderstand dieser parallel geschalteten 6 Filter in insgesamt 6,8 qm Querschnitt trotz der

Feinkörnigkeit der oberen Schicht nur ca. 3 mm Wassersäule betrug, und daß die trocknende Wirkung des Filters nicht ausreichte, wurde eine Um schaltung in der Art vorgenommen, daß nun je 3 und 3 parallel stehende Filter hintereinander geschaltet waren. Die Filterschichthöhe betrug also in diesem Fall zusammen 48 cm und zwar bei 3,4 qm Querschnitt. Die Leistung an abgeschiede-

den Gasen ein gleichmäßiges ungehindertes Abströmen aus dem Filterraum gestattet, ohne von dem Filtermaterial verschüttet werden zu können, wird eine weit vollständigere Ausnutzung der Gefäßhöhe erreicht, als dies bei Anbringung eines falschen Bodens, eines Rostes oder einer Bodenschicht von groben Stücken möglich wäre. Das Gefäß wird bis eben über die Kanalhöhe mit Filtermaterial von größerem Korn — 4—8 mm — aufgeschüttet, und

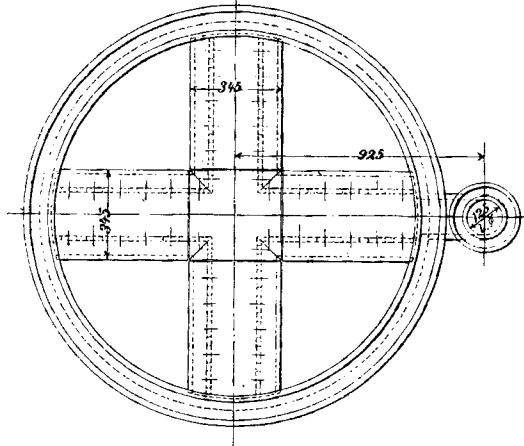


Fig. II.

ner Säure von ca. 36° Bé. war nun durchschnittlich pro Woche von $5\frac{1}{2}$ Arbeitstagen:

Von den ersten 3 Filtergefäßen ca. 150 kg Säure = 1 % der Produktion.
Von den letzten 3 Filtergefäßen ca. 30 kg Säure = $\frac{1}{5}\%$ der Produktion.

Vollständig trocken waren die filtrierten Gase immer noch nicht; vielleicht wäre der Effekt noch etwas besser ausgefallen, wenn das Filtermaterial scharfkantiger gewesen wäre.

Ich habe mich nun bemüht, ein Gefäß zu konstruieren, welches unter Berücksichtigung der der

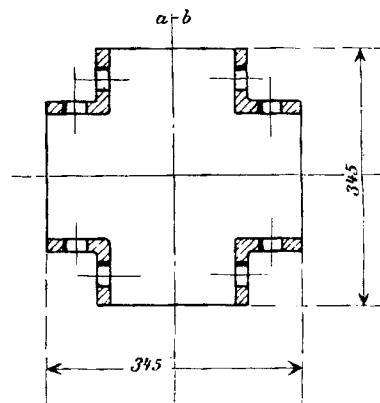


Fig. 3.

darauf kommt dann direkt die feinere Schicht von 2—5 mm. Die Gesamtschichthöhe kann bis zu 950 cm betragen. Der Querschnitt eines Gefäßes beträgt 1,54 qm; eine Vereinigung von höchstens 4 Gefäßen bietet also einen Filterquerschnitt von reichlich 6 qm und dürfte damit wohl so ziemlich für alle Zwecke ausreichen, während in vielen Fällen schon ein einzelnes Gefäß dem Zwecke genügen wird.

Der kreuzförmige Verteilungskanal aus Steinzeug eignet sich übrigens auch gut für Gasfilter aus Blei oder anderem Material; da er aus einzelnen Stücken zusammengesetzt wird, läßt er sich für Be-

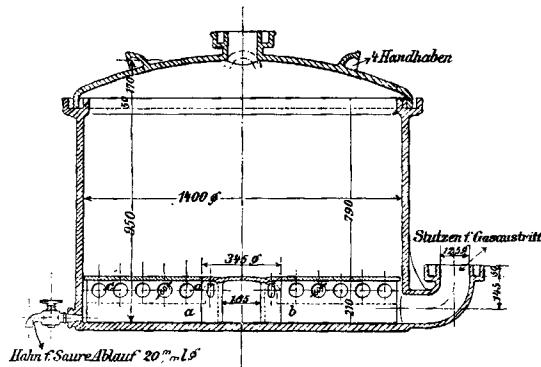


Fig. 2.

Ausführung in Steinzeug gezogenen technischen Grenzen eine möglichst vollständige Ausnutzung seines Volumeninhalts für die Zwecke der Gasfiltration gestattet. Dasselbe ist in Fig. 1 im Grundriß und in Fig. 2 im Längsschnitt dargestellt.

Durch die Anordnung des mit dem Ableitungsrohre verbundenen kreuzförmigen Kanals am Boden, der in Fig. 3 und 4 detailliert dargestellt ist, und der

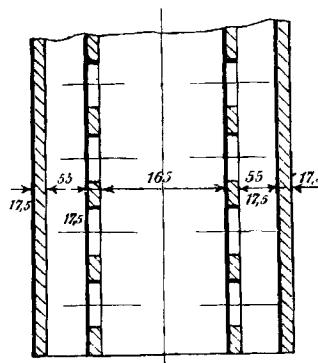


Fig. 4.

hältler von beliebiger Größe und ebenso gut für rechteckigen wie für runden Querschnitt anwenden.

Die Anfertigung dieses Steinzeuggasfilters ist von den deutschen Ton- und Steinzeugwerken in Charlottenburg übernommen worden, ebenso die Herstellung des künstlichen Steinzeugfiltermaterials.

Die im obigen mitgeteilten Erfahrungen aus der Praxis liefern schon den Beweis, daß das Gas-

filter auch anderen Aufgaben gerecht zu werden vermag, als nur der Niederschlagung von Schwefelsäurenebeln, für die es anfänglich speziell konstruiert war. Die nächste Zeit wird wahrscheinlich zeigen, daß seine Anwendbarkeit sich in weiten Grenzen bewegt, ja daß die meisten Abgase von chemischen Fabrikationen durch das Gasfilter eine vom sanitären wie vom land- und forstwirtschaftlichem Standpunkte aus höchst erwünschte Reinigung erfahren können. Es seien außer den bereits erörterten nur die folgenden wichtigeren Anwendungen namhaft gemacht:

Für die Abgase der Oleumfabriken, deren Gehalt an SO_3 und SO_2 bekanntlich sehr hoch ist; eventuell würde hier die vorherige Zumischung einer beschränkten Menge von zerstäubtem Wasser oder von Dampf den Effekt noch steigern.

Für die Abgase der Salzsäurekondensation.

Für die beim Nitrieren von Glycerin, Baumwolle usw. entweichenden Gase.

Für die Ausblaseluft von Montejus und Pulsmetern, die zum Transport von Säuren usw. gedient hat.

Für die beim Abblasen der für Aluminiumsulfatfabrikation dienenden Druckfässer austretenden Dämpfe.

Für die flüssäurehaltigen Abgase vom Superphosphataufschließen.

Für die Abgase von Salpetersäurefabriken, Abfallsäuredenitrierungen, Anilinsalzabdampfpfannen, Antichlorsaturierapparaten usw. usw.

Eine noch ausgedehntere Perspektive eröffnet sich, wenn man an die Möglichkeit denkt, durch Verwendung besonderer Materialien im Gasfilter neben der mechanischen Reinigung bestimmte chemische Einwirkungen auf die durchstreichenden Gase auszuüben. Ein Beispiel dieser Art liegt bereits vor in der seitens des Vereins chemischer Fabriken in Mannheim gemachten Anwendung von Filtern aus Schlackensand für die Entziehung von H_2SO_4 aus den Kontaktprozeßgasen unter Hinterlassung des SO_3 ⁹⁾.

Auch katalytische Wirkungen könnten in besonderen Fällen recht wohl im Gasfilter ausgeübt werden.

In einer Zeit wie die unselige, wo von Seiten der Gewerbehygiene mit Recht immer schärfere Ansprüche gestellt werden, wo neben dem Wasserrecht ein Luftrecht als besondere Disziplin festere Gestalt annimmt¹⁰⁾, ist ein entschiedenes Bedürfnis für einen Apparat, wie das Gasfilter, vorhanden. Ich hoffe, mit der vorstehenden Arbeit eine Anregung zu seiner Würdigung gegeben zu haben; wenn dadurch weitere Kreise veranlaßt werden möchten, dem Gasfilter erhöhte Beachtung zu schenken, seine Anwendbarkeit in vorkommenden Fällen zu erproben und an seiner Fortentwicklung mitzuarbeiten, so wäre damit der Zweck der vorstehenden Abhandlung in vollem Maße erreicht.

⁹⁾ F. Winteler, Chem.-Ztg. **30**, 87 (1906).

¹⁰⁾ Jurisch, Grundzüge des Luftrechts, Berlin 1897. — Auch diese Z. **16**, 641, 881, 1025, 1121 (1903).

Neuerungen auf dem Gebiete der Holzverkohlung.

Vortrag gehalten im Verein deutscher Chemiker
(Bezirksverein Hannover).

Von M. Klar.

(Eingeg. d. 5. 5. 1906.)

Vor wenigen Jahren hatte ich an gleicher Stelle das Vergnügen, Ihnen die bisher geübten Verkohlungsverfahren zu schildern und Ihnen zu zeigen, daß die seit den Anfängen dieser Industrie geübten Arbeitsmethoden bisher fast ohne jede Änderung beibehalten wurden. Heute will ich Sie mit einigen Neuerungen bekannt machen, welche in dieser Industrie inzwischen zur Verbilligung des Betriebes eingeführt worden sind.

Zu diesem Zwecke möchte ich erst der wirtschaftlichen Lage der Holzverkohlungsindustrie einige Worte widmen, schon um darzustellen, wie auch hier Betriebsersparnisse am Platze sind.

Nehmen wir an, daß 1 Rm lufttrockenes rotentfertiges Buchenholz bei uns 6 M kostet, und daß die Gesamtunkosten per 1 Rm dieses Holzes bis zur Erlangung handelsüblicher Produkte (Holzkohle, essigsaurer Kalk von 80—82%, Rohholzgeist von 80 Vol.-% und Holzteer), je nach Größe der Anlage und sonstiger lokaler Bedingungen 6—6,50 M betragen, so stehen 12—12,50 M Ausgaben einem Erlös von:

110 kg Holzkohle per 100 kg	3,50 M	= 3,85 M
27 „ essigsaurer Kalk von 80—82%		
per 100 kg	24,00 M	= 6,50 „
6 „ Holzgeist von 100%		
per 100 kg	40,00 M	= 2,40 „
25 „ Teer per 100 kg	3,00 M	= 0,75 „
		Total = 13,50 M

gegenüber. Man sieht, Betriebskosten und Erlös liegen nicht so weit auseinander, daß man nicht zu rechnen brauchte.

In holzreichen Ländern mit niederm Holzpreise und gutem Absatz an Kohle zu einem anständigen Preise liegen die Verhältnisse weit günstiger, z. B. in Ungarn und Schweden, noch mehr aber in Amerika, welches zusammen mit Ungarn jährlich für ca. 2 960 000 Messig sauren Kalk und für ca. 4 488 000 M Holzgeist nach Deutschland importiert.

Während in Europa meistens die Gewinnung der flüchtigen Destillate (essigsaurer Kalk und Holzgeist) der Zweck der trockenen Destillation des Holzes ist, stellen in Amerika, ebenso wie in Schweden und Rußland, die Destillate häufig nur Nebenprodukte dar, indem das Holz zur Gewinnung von Holzkohle für die Eisenproduktion verkohlt wird.

Vor etwa 2 Jahren hatte ich längere Zeit auf einem solchen Werke, welches gleichzeitig die größte Verkohlung der Welt ist, zu tun. Dieses Werk verkohlt pro Tag etwa 900 Rm Holz und erzeugt dabei ca. 10 Waggons Holzkohle. Für diese Produktion dienen 86 große, gemauerte Öfen, jeder ca. 285 Rm haltend. Die Nebenprodukte werden abgesaugt, kondensiert und auf Kalk und Holzgeist verarbeitet, wobei täglich ca. 125 000 Liter Holzessig zu verarbeiten sind. Wenn man bedenkt, daß diese Riesen-