

die Stelle Stromeyers in Göttingen und der letztere 1838 einem an die Universität in Marburg. Auch Heinrich Buff, der fast zu gleicher Zeit als Lehrer für Physik angestellt wurde, verließ die Anstalt schon nach kurzer Zeit, um nach Gießen zu gehen. Alle drei konnten der Casseler Anstalt nichts vom Stempel ihrer Eigenart aufdrücken.

Was ich über die Entwicklung des Weberergewerbes sagen konnte und über das der eng damit verbundenen Färberei, erklärt, daß man seit langer Zeit in Cassel, dessen Bodenschätze zudem auch auf dem Gebiete der Erdfarben ergiebig genug waren, gerade die Herstellung der letzteren pflegte. Daß im Handel sechs Farben (Blau, Braun, Gelb, Goldgelb, Grün und Schwarz) geradezu als „Casseler“ im Gange sind, spricht allein schon dafür, wenngleich dieselben Farben auch als Bremer „gehen“, also nach andern Darstellungsorten (z. B. Blau nach Bremen, Grün nach Schweinfurt, Gelb nach Paris usw.) hinweisen. Gelb allein scheint wirklich in Cassel, und zwar von dem Besitzer der Einhorn-Apotheke, Heinrich Flügger, erfunden worden zu sein. Schützenberger in seinem *Traité des matières colorantes*, Bd. I, S. 253 nennt es *Jaune minéral de Paris*, de Turner, de Cassel, de Vêrone, *Oxychlorure de Plomb*. Das läßt wohl darauf schließen, daß das Gelb an verschiedenen Stellen „zuerst“ oder gleichzeitig entdeckt worden ist. Flügger ist aber der einzige, den ich als Entdecker angegeben finde. Um das Jahr 1790 herum dürfte er das Gelb (durch Zusammenschmelzen von Blei und Ammonchlorid) dargestellt haben. (1784 trat er den Besitz der Apotheke an!) Ihm kann immerhin außer der Ehre der Entdeckung auch die des Vorsprungs vor anderen zugebilligt werden. Außer daß er 1804 zum Assessor des Collegium medicum mit Sitz und Stimme ernannt wurde, ferner daß er 1785 eine Arbeit über die Bittererde geschrieben hat, konnte ich bis jetzt über diesen „angewandten“ Farbstoff- und Iatrochemiker nichts ermitteln⁹). Daß er gerade auf solche Farbenversuche gekommen ist, lag wohl an der Casseler, auf technische Chemie eingestellten Umwelt. Nach dem Staatshandbuch arbeiteten im Staatsbesitz und unter staatlicher Verwaltung die Blaufarbenwerke zu Schwarzenfels und seit 1792 in Carlshafen und, zweifellos hierher gehörend, die Kobolds- (Kobalt-Farben-) Werke in Riechelsdorf und in Privathänden (jedenfalls mit landesherrlichen Privilegien, deren Erteilung am Ende des Verzeichnisses der „Herrschaftlichen Fabriken“ angeboten wird) gewisse Erdfarbenwerke, welche die nötigen Rohstoffe in der näheren und weiteren Umgebung leicht anschaffen konnten und die in noch bestehenden mancherlei Gefolgschaft (jetzt wohl in den „Vereinigten Farbenfabriken“ zusammengetreten) fanden. Verfeinerte Tonwarenerzeugung hat ja die Porzellanfabrikation zur Aufgabe. Daß die „Herrschaft“ aus der Tschirnhausen-Böttgerschen Kunst ihren Vorteil ziehen wollte, ist völlig erklärlich und ein weiteres Zeichen ihrer landesväterlich-volkswirtschaftlichen Regsamkeit. Aus 1767 wird von der Porzellan-Fabrike berichtet. Vor wenig Jahren erst machte letztere Fabrik mit den noch vorhandenen Brennöfen einem großen Neubau an der Ecke der Kronprinzen-Straße, gegenüber dem Polizeipräsidium, Platz. Zeugen der gedachten chemischen Kunstübung finden sich noch in Privat- und Museumsbesitz.

Außer den schon genannten Berg- und Hüttenbetrieben seien noch die Schmalkalden und Lippoldsbere (beide mit Eisen-„Hammer“-Werken, letzteres mit Blech-Werken und Verzinnereien), dann die „Neue Friedrichshütte“ mit Kupferhammer (die möglicherweise auch jetzt wieder in Betrieb gesetzt werden könnte), genannt. Hier sei auch die 1784 von einem gewissen Meincke eingerichtete Schokoladenfabrik auf der „Weissensteiner Vorstadt“ (der jetzigen Wilhelmshöher Allee) genannt¹⁰).

und ganz glaubhaft ist, völlig unzureichend auch in bezug auf Entlüftung gewesen sein. Um diesen Fehler dem die Sache untersuchenden Minister Freiherrn von Hanstein nicht eigentlich vor Augen, sondern vor die Nase zu führen, soll Bunsen vor dem Besuch Kakodyl dargestellt und den Raum bis dahin geschlossen gehalten haben. Daß der hohe Herr schon beim Eintritt in die Tür zurückschreckte, daß er sich daraufhin einem Umbau willfährig gegenüberstellte, ist begreiflich.

Hessenland Bg. 12, S. 188, aus Ahrens Gelehrtenanekdoten. Berlin 1911.

⁹) In Orellis *Anal. der Chemie*, Bd. 11, Nr. 9, S. 232ff.

¹⁰) Ein Gasthaus mit der Bezeichnung „Chokoladenfabrik“ liegt auf dem Platz der früheren Fabrik.

Erst in den letzten Jahrzehnten trat eine große Anlage ausgeprägt nahrungsmittelchemischer Eigenart in die Erscheinung, die Hohenlohesche Nahrungsmittelfabrik, die in der letzten Zeit völlig in den Heeresdienst einbezogen wurde. Weniger Glück hatte die auch hierher gehörige Fabrik des vor reichlich zwanzig Jahren schon angefertigten, seit einer Reihe von Jahren patentierten Simonsschen Brotes, die durch den Krieg unmöglich gemacht worden ist. Auf der „Weissensteiner Vorstadt“ wurde auch 1769 schon eine Lichterfabrik und 1775 eine Wachsbleiche betrieben. Beide gehören zweifellos der angewandten Chemie an, während die Tabakfabrik, die ich 1777 angeführt finde, trotz der heilkräftigen, zuerst als Heilmittel eingeführten und verwandten Herba. *Nicotianae*¹¹), jetzt wenigstens ihr entwachsen ist.

Denkwürdig ist, daß im Gebäude des früheren Carolinums Sömmerring und Goethe bei einem Besuch des letzteren am 30./9. 1783 sich Mühe gaben, einen kleinen Luftballon zu füllen, wie es damals allgemein versucht wurde. Allein „die Übereilung machte den Versuch mißlingen“, wie Goethe berichtet. Es handelte sich vermutlich damals um einen Ballon mit durch Feuer verdünnter und erleichterter Luft¹²).

So sprunghaft und kurz der vorliegende Rundgang durch die Stadt war, die vermutlich in erster Reihe anlässlich des Rufs ihrer landschaftlichen Sehenswürdigkeiten und ihrer Lage im Mittelpunkt Deutschlands für die diesjährige Vereinstagung gewählt wurde, so wird er doch gezeigt haben, daß sie sich auf einem ihrem Wirken entsprechenden Boden bewegt, ja die vorgebrachten „Exempla terrent“ in keiner Beziehung, eher dürften sie zu Unternehmungen auf dem für chemische Betriebe sicher gelockerten Boden anreizen. [A. 106].

Auslaugung von Flüssigkeiten in Waschsäulen mit Raschigs Ringen.

Von Dr. F. RASCHIG, Ludwigshafen a. R.

(Eingeg. 16./8. 1918.)

Das Auslaugen einer Flüssigkeit mit einer anderen, die sich damit nicht mischt, ist ein in der chemischen Industrie oft angewandtes Verfahren, und je mehr die Technik fortschreitet, desto häufiger stellt es sich heraus, daß es den anderen, sonst zur Isolierung bestimmter Flüssigkeitsbestandteile üblichen Methoden, wie Destillation und Krystallisation, unter Umständen weit überlegen ist. Das älteste Beispiel eines Großbetriebes dieser Art ist wohl das Waschen von Erdölen aller Art, Schmieröl, Petroleum, Benzin mit Schwefelsäure, wobei gewisse schädliche Bestandteile dieser Öle chemisch verändert und in Säure löslich gemacht werden. Keine Fraktionierung oder noch so häufig wiederholte Destillation bringt eine Reinigung des Petroleums zuwege, wie sie durch Waschen mit Schwefelsäure in einem einzigen Arbeitstag erzielt wird. Ähnlich liegen die Verhältnisse beim Waschen von Benzol, Naphthalin und anderen Teerprodukten, wo man zum Schluß ebenfalls mit Schwefelsäure arbeitet, aber eine Wäsche mit Natronlauge vorhergehen läßt oder beim Reinigen von Benzaldehyd, wo man Bisulfitlösung verwendet.

Die Wichtigkeit dieses Verfahrens leuchtet besonders ein in Fällen, wo man gerade die in kleiner Menge vorhandenen Fremdkörper gewinnen will und die Reinigung des Ausgangsstoffes von diesen Fremdkörpern nur noch Nebenzweck ist. Die Gewinnung von Cumaronharz aus gewissen Teerölen durch Schwefelsäurewäsche, oder die von Phenolen daraus durch Behandlung mit Natronlauge sind Beispiele dafür. Hier wird durch die Wäsche nicht nur eine Verbesserung des Teeröles erreicht, sondern man gewinnt zugleich wertvolle Substanzen, deren Erlös nicht selten höher ist, als ihn die Wertsteigerung des Ausgangsstoffes mit sich bringt.

¹¹) Eine, die älteste überhaupt vorhandene, Probe davon besitzt Cassel in seiner naturgeschichtlichen Schausammlung.

¹²) Am 27. 8., also kurze Zeit vorher, hatte allerdings Charles eine durch Wasserstoff aufgetriebene *Charlière* steigen lassen. Wenn Goethe am 9./6. 1784 aber berichtet, „wir haben einen Ballon auf Montgolfièr'sche Art steigen lassen“, also einen durch warme Luft aufgetriebenen, dann wird der Casseler wohl ein gleicher gewesen sein.

Schließlich gibt es auch Fälle, wo man zwei Flüssigkeiten miteinander zu dem Zweck zusammentreten läßt, daß die eine restlos einer chemischen Veränderung unterliegen soll. Hierher gehören vor allen Dingen die Nitrierprozesse von Benzol, Toluol, Xylol und auch von Naphthalin, wo die Ausgangssubstanzen vollständig in Nitrokörper verwandelt werden sollen. Auch diese Verfahren haben mit dem oben genannten das Gemeinsame, daß vor wie nach Ablauf des Prozesses zwei miteinander mischbare Flüssigkeiten vorliegen, die sich infolge ihres verschiedenen spezifischen Gewichts leicht trennen.

Aber auch der Fall ist nicht selten, wo man gar keine chemische Einwirkung im Auge hat, sondern nur beabsichtigt, aus einem Flüssigkeitsgemisch einen Bestandteil physikalisch herauszulösen. Man denke an das im Laboratorium wie im Großbetrieb täglich vorkommende Ausschütteln mit Benzol oder Äther, an das Befreien des Erdöls von ungesättigten Kohlenwasserstoffen durch Behandeln mit flüssiger schwefliger Säure oder an das Ausziehen der Phenole aus Braunkohlenteerölen mit Hilfe von Alkohol.

Die Ausführungsform gestaltet sich bisher fast ausnahmslos so, daß man diskontinuierlich arbeitet; beide Flüssigkeiten werden in passender Menge in einen Apparat gebracht, in dem man sie eine gewisse Zeit mittels eines Rührers, manchmal auch mit Hilfe eines in zahlreichen Blasen verteilten Luftstromes, gut durcheinander arbeitet. Nachher läßt man im Rührapparat selbst oder in besonderen Klärgefäßen absetzen und zieht am unteren Ende zuerst die schwere, dann die leichtere Flüssigkeit ab. Schwierigkeiten macht nicht selten der Umstand, daß sich zwischen den beiden eine gewisse Menge einer Emulsion in Form einer Schlammschicht befindet, in der Verunreinigungen irgendwelcher Art, wie Staub oder fein verteilte Niederschläge die Trennung der beiden Flüssigkeiten verzögern. In der Regel zieht man diesen Schlamm für sich ab und bewahrt ihn längere Zeit auf; es setzt sich dann oben und unten aus ihm noch klare Flüssigkeit ab. Was dann noch an Schlamm übrigbleibt, muß durch geeignete Mittel, die nach der Natur des Falles wechseln und ihm anzupassen sind, nutzbar gemacht werden.

Aber dies Vorgehen in unterbrochenem Betrieb hat natürlich alle Schattenseiten, die dieser Arbeitsweise grundsätzlich eigen sind; es braucht eine große Apparatur, die nur zeitweise ausgenutzt wird, es benötigt viel Handarbeit und Aufmerksamkeit, und es hat Verluste im Gefolge, wenn die Arbeitskräfte an Zuverlässigkeit zu wünschen übrig lassen. Vor allen Dingen aber wirkt es einigermaßen erschöpfend nur, wenn man es mehrere Male wiederholt.

Ein einfaches Beispiel wird diesen Hauptfehler am besten erläutern. Man stelle sich vor, es sei die Aufgabe gestellt, aus einem Gemisch von Wasser und Alkohol den letzteren mit Hilfe von Benzol auszulaugen. Da sich Alkohol sowohl in Wasser als auch in Benzol gut löst, so wird das Gemisch nach einmaligem Ausschütteln mit beschränkten Mengen von Benzol nur einen Teil seines Alkoholgehaltes an dieses abgegeben haben; der Alkohol wird sich eben auf beide Lösungsmittel verteilen und nur mit Hilfe einer unendlich großen Menge von Benzol wird es möglich, ihn durch einmaliges Schütteln vollkommen aus dem Wasser zu entfernen. Anwendung von unverhältnismäßig großen Benzolmengen verbieten aber die praktischen Verhältnisse; man wird also mit beschränkten Mengen arbeiten, aber mehrmals hintereinander mit frischem Benzol ausschütteln, bis schließlich das Wasser praktisch alkoholfrei geworden ist.

Nicht viel anders ist die Sachlage, wenn es sich nicht um reine Lösungsvorgänge, wie in dem oben behandelten Fall handelt, sondern wenn chemische Reaktionen in Frage stehen. Denn auch hier kommt man gewöhnlich durch wiederholtes Ausschütteln mit Bruchteilen der Waschflüssigkeit weiter, als durch einmaliges Behandeln mit der Gesamtmenge. Hat man zum Beispiel Benzol mit Schwefelsäure zu reinigen, so schüttelt man zweckmäßig zuerst nur mit 1% Schwefelsäure; denn es sind gewisse Fremdkörper im Rohbenzol enthalten, die schon mit ganz wenig Säure, und obgleich sich diese durch Aufnahme solcher Fremdkörper stark verdünnt, entfernt werden. Man trennt dann die verdünnte Waschsäure ab, fügt wieder 1% frische hinzu und schüttelt erneut. Durch mehrmaliges Wiederholen kann es gelingen, daß man so mit 5% des Benzolgewichtes an Säure auskommt, während man, um die gleiche Wirkung bei nur einmaligem Schütteln zu erzielen, 10% aufwenden müßte. Denn derjenige Fremdkörper, der am schwersten und nur mit der konzentriertesten Säure zu entfernen ist, be-

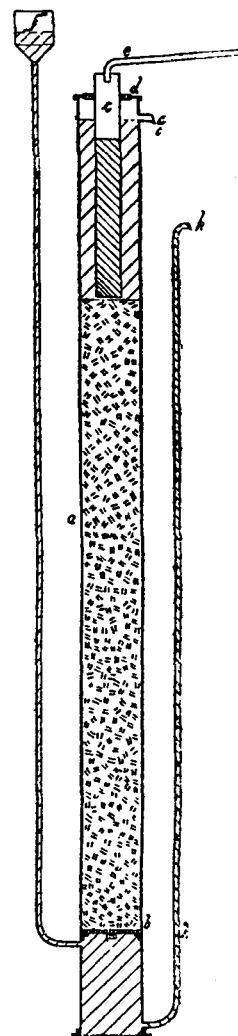
stimmt in diesem Falle den Säureverbrauch für die anderen Fremdkörper mit.

Diese Übelstände des Arbeitens im unterbrochenen Betrieb oder, wie man es auch nennen kann, des Auslaugens in einzelnen Posten, haben schon lange zu Erwägungen Anlaß gegeben, ob man nicht im stetigen Arbeitsgang auslaugen könne. Wenn man von den zwei nicht miteinander mischbaren Flüssigkeiten, die in Betracht kommen, die schwerere in einem weiten Rohr von oben nach unten strömen, die leichtere dagegen in diesem Rohr aufsteigen läßt, und wenn man ferner dafür sorgt, daß sie sich beim Begegnen gut durchdringen, so muß man alle Schattenseiten des unstetigen Arbeitens vermeiden können. Man kann mit einer kleinen Anlage, die ständig gleich stark in Anspruch genommen wird, sehr hohe Leistungen erzielen, man hat, wenn die Einrichtungen richtig getroffen werden, keinerlei Handarbeit zu bewältigen und braucht, sobald der Apparat richtig eingestellt ist, keinerlei Aufsicht, vor allen Dingen aber hat man alle Vorteile des mehrfach wiederholten Ausschüttelns mit kleineren Mengen Waschflüssigkeit, also geringen Verbrauch des Waschmittels. Denn, um bei dem vorhin erwähnten Beispiel mit Wasser, Alkohol und Benzol zu bleiben, es kommt, da der ganze Vorgang sich im vollkommenen Gegenstrom vollzieht, mit dem an Alkohol reichstem Wasser, das durch die Röhre herabsinkt und leicht Alkohol abgibt, das am meisten angereicherte Benzol in Berührung; wenn aber das weiter absinkende Wasser schon fast allen Alkohol abgegeben hat, so trifft es am unteren Ende des Rohres eine verhältnismäßig große Menge von reinem Benzol, die imstande ist, auch noch den Rest des Alkohols aufzunehmen. In einem einzigen Arbeitsgange kommt man hier mit Hilfe des Gegenstroms gerade so weit, als mit einer unendlich großen Zahl hintereinander liegender einzelner Gleichstrom-Arbeitsgänge beim unstetigen Verfahren.

Daß diesen theoretischen Vorzügen der stetigen Arbeitsweise aber doch große praktische Schwierigkeiten gegenüberstehen, lehrt ein Aufsatz von K. M a h r (Angew. Chem. 28, I, 20 [1915]). Er schildert, wie man in der Benzinreinigung versucht hat, mit dem stetigen Verfahren zu arbeiten, aber er hebt hervor, daß die Frage, wie man das Innere der Zylinder auszustatten hat, in denen sich Säure und Benzin begegnen, noch nicht befriedigend gelöst sei. Die Beschickung der Zylinder mit Koks- oder Steinzeugbrocken, mit Steingut- oder Bleisieben habe manche Mißstände im Gefolge.

Heute ist diese Schwierigkeit überwunden. Es hat sich herausgestellt, daß sich R a s c h i g s Ringe (D. R. P. Nr. 286 122 und Nr. 292 622) ausgezeichnet in derartigen Waschsäulen bewähren. Sie verteilen sowohl die fallende wie auch die aufsteigende Flüssigkeitssäule so gründlich, daß eine Durchmischung zustande kommt, wie sie der beste Rührer im unstetigen Verfahren nicht besser zuwege bringt. In einem Falle, wo das Verfahren schon seit einer Reihe von Jahren im Betrieb steht, werden mit Hilfe einer Säule von Raschigs Ringen, die 6 m Höhe und 60 cm Durchmesser hat, in einer Zeit von 24 Stunden 40 cbm einer öligen Flüssigkeit mit 70 cbm einer wässrigen Lauge tadellos gewaschen. Jeder technische Chemiker kann ermessen, was für eine gewaltige Einrichtung an Schüttelapparaten und Absätzgefäßen nötig wäre, um eine derartige Tagesleistung von 110 cbm zu bewältigen.

Obenstehendes Bild gibt eine schematische Darstellung der Einrichtung, wie sie sich für den eben erwähnten Fall bewährt hat; in anderen Fällen wird natürlich nicht zu vermeiden sein, daß je nach Natur und Menge der zu waschenden Flüssigkeiten Änderungen notwendig sind. Ein stehender Eisenzylinder *a* von 8 m Höhe und 60 cm Weite, am Boden durch eine Grundplatte geschlossen, oben offen, trägt etwa 1 m vom Boden ein Sieb *b*. Auf diesem Sieb ruht eine 6 m hohe Schicht von Raschigs Ringen aus Schwarzblech von 25 mm Weite und Höhe. Auf die Oberfläche dieser Ringsäule setzt sich ein Einlaufrohr *c* von 2 m Länge und 30 cm Weite und durch drei Klammern *d* wird dieses Rohr inmitten des Zylinders *a* festge-



halten. In dieses Rohr ergießt sich die schwerere der beiden Flüssigkeiten durch den Auslauf *e*. Die leichtere dagegen wird dem Trichter *f* zugeführt, dessen Rohr hart unter dem Sieb in die 1 m hohe Kammer am Grunde des Zylinders *a* mündet. Am Boden dieser Kammer schließlich tritt die schwerere Flüssigkeit durch das Rohr *h* aus, dessen Auslauf *k* in solcher Höhe stehen muß, daß die im Rohr *h* enthaltene Säule von schwerer Flüssigkeit dem im Zylinder *a* befindlichen Gemisch von schwerer und leichter, das die ganze Zylinderhöhe bis zum Auslauf der leichten Flüssigkeit bei *g* erfüllt, das Gleichgewicht hält.

Die beiden zu Einlaufrohr *c* und Trichter *f* laufenden Flüssigkeiten entnimmt man aus Lagergefäßen, deren Größe Gewähr dafür leistet, daß keine Änderungen der Zusammensetzung in kurzen Zeitspannen eintreten können. Man holt sie am besten mittels zweier Kreiselpumpen heraus und regelt die Flüssigkeitsströme durch einfache Hähne, die an das Ende der Zuführungaleitung gesetzt werden, also kurz bevor sich die Flüssigkeiten in *c* und *f* ergießen. Hier ist auch der Platz des Mannes, der den Gang der Einrichtung beaufsichtigt; denn hier hat er auch die Ausläufe *g* und *k* vor Augen. Um jeweils die Flüssigkeitsmengen genau zu kennen, die in der Zeiteinheit zufließen, schaltet man hinter die genannten Regulierhähne je ein Rotameter ein.

Beim Betrieb einer solchen Waschsäule macht man die Beobachtung, daß selbst bei Flüssigkeiten, die im un stetigen Betrieb miteinander geschüttelt eine starke Emulsionsschicht auf der Grenze bilden, doch die Ausläufe *g* und *k* vollkommen klar laufen. Die Erklärung dafür liegt in dem Umstande, daß aller Schlamm, der sich natürlich auch hier bildet, im Apparat verbleibt und sich in totliegende Winkel in der Ringfüllung begibt. Natürlich kommt aber eine Zeit, wo er hier nicht mehr Platz findet. Man erkennt dies daran, daß die Ringsäule den Flüssigkeiten einen größeren Gegenstand bietet als vorher, und daß daher das Flüssigkeitsniveau in *f* und *c* ansteigt. Auch fängt die bei *g* auslaufende Flüssigkeit an, etwas trüb zu werden. Dann ist es an der Zeit, die Säule zu reinigen. Man entleert sie von Flüssigkeit und läßt, je nach den Umständen und der Natur des Schlammes, passende Lösungsmittel hindurchtreten. Manchmal hilft schon kaltes oder heißes Wasser, in anderen Fällen aber wird man zu sauren oder alkalischen Flüssigkeiten greifen müssen. Gewöhnlich ist solche Reinigung, die höchstens alle Woche einmal, in der Regel aber erst nach einem oder mehreren Monaten nötig wird, in wenigen Stunden erledigt und die Waschsäule arbeitet dann wieder tadellos wie am ersten Tage.

Es versteht sich von selbst, daß man das stetige Auslaugungsverfahren in Waschsäulen mit Raschigs Ringen nur wird anwenden können in Fällen, wo man mit großen Flüssigkeitsmengen zu arbeiten hat. Hier aber ist es dem un stetigen Verfahren weitaus überlegen und seine Einführung lohnt sich noch unter Verhältnissen, wo man bisher wegen der zu hohen Betriebskosten des un stetigen Verfahrens, auf Auslaugung überhaupt verzichtete. Schwache Lösungen von Anilin z. B., die bei der Anilinherstellung stets abfallen und bisher auf dem Destillationswege aufgearbeitet wurden, wird man in Zukunft besser im stetigen Verfahren mit Benzol auslaugen, ebenso dünne Essigsäure mit Äther und vielleicht sogar schwachen Alkohol mit Benzol.

Daß man die ungeheuren Mengen von Benzin, Petroleum und Schmieröl im stetigen Verfahren mit weit weniger Schwefelsäure reinigen kann, als im un stetigen, ist schon oben dargelegt. Hier wird allerdings nicht zu umgehen sein, daß ein so mit Schwefelsäure gewaschenes Erdöl einer Nachwäsche mit Wasser und dann sogar mit Natronlauge unterzogen wird. Aber auch dieses Nachwaschen kann man im stetigen Verlauf mit Hilfe einer direkt angeschlossenen zweiten und dritten Waschsäule vornehmen und bekommt so in einem einzigen Arbeitsgang eine fertige verkäufliche Ware, wo früher eine ganze Reihe von Waschungen mit unausbleiblichem Verlust an Zeit und Material unabwendbar war.

Das Verfahren, im stetigen Verlauf zwei miteinander nicht mischbare Flüssigkeiten in Waschsäulen mit Raschigs Ringen zu verarbeiten, ist durch eine Patentanmeldung der Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co. zu Leverkusen bei Köln a. Rh. geschützt. Das Recht, dieses Verfahren anzuwenden, geht nicht durch Erwerb von Raschigs Ringen auf den Käufer über. Es muß vielmehr für jede einzelne derartige Anlage ein Sonderabkommen mit dem Verfasser getroffen werden. [A. 104].

Schwefelsäurekonzentration, Röhrensysteme-Krell-Strzoda.

Von W. STRZODA.

Nach D. R. P. 272 158.

Eingeg. 31./5. 1918.

I. Schwefelsäurekonzentration im allgemeinen.

Die im Kammerprozeß hergestellte Säure von etwa 50° B_é und Abfallsäuren von dieser Stärke oder schwächere Säuren haben nur wenig technische Bedeutung. Je stärker die Säure ist, um so höhere Bedeutung erlangt sie für die Technik. Mit 60° B_é (78%ig) findet sie schon Anwendung in den Superphosphatfabriken und zur Gewinnung von schwefelsaurem Ammon. Für Sprengstoffzwecke, Ölraffination usw. muß die Schwefelsäure eine noch höhere Konzentration besitzen. Die Vorkonzentration der Kammerensäure auf 60° B_é geschieht gewöhnlich in Glovertürmen oder offenen beheizten Bleiwannen. Die weitere Konzentration muß in geschlossenen Gefäßen geschehen, da mit dem Destillatwasser Schwefelsäuredämpfe mit entweichen und zwar um so mehr, je näher die Konzentration auf 97—98% getrieben wird, so daß Destillate der Endkonzentration eine Stärke von 60° B_é und darüber erreichen. Dieser starken Säure sowie den starken Destillaten gegenüber gibt es nur wenige Materialien, die Widerstand leisten. Die heute gebräuchlichsten Konzentrations-Apparate sind Kessler-Düron- und Gailard-Apparate, die im Prinzip mit heißen Koks- oder Kohleverbrennungsgasen arbeiten, die im Gegenstromprinzip durch die Apparate geleitet werden. Das Baumaterial dieser Apparate sind Volviklava oder hochsäurebeständige Steine. Praktisch und ökonomisch kann die Schwefelsäure in diesen Apparaten nur auf 93/94% konzentriert werden. Eine höhere Konzentration geht auf Kosten der Produktionsmenge und des Apparatenmaterials. Früher wurden auch Platin- und Glasapparate verwandt, die sich aber für Großbetriebe nicht eignen und während des Krieges völlig ausgeschaltet wurden. Nebenbei arbeiten noch die Hartmann-Benkerschen Schalenkonzentrationen und andere Apparate mit eisernen Kesseln, auch die Krellsche Konzentration mit Eisenrohren im Bleibade, die aber aus technischen Gründen ihre Bedeutung verloren haben.

Der Krieg mit seinen hohen Anforderungen hat die Herstellung von hochkonzentrierter Säure in Kontaktanlagen stark begünstigt. Hier werden die schwefligsauren Dämpfe durch die Kontaktmasse in Schwefelsäureanhydriddämpfe umgewandelt, welche letztere durch hochkonzentrierte Säure von 97/98% aufgesaugt werden, wodurch das sog. Oleum entsteht und als Monohydrat berechnet über 100%, 120% usw. Schwefelsäuremonohydrat darstellt, das auch in der Tat durch Zusatz von Wasser in eine entsprechende Menge 100%iger Schwefelsäure umgewandelt werden kann. Die Absorptionssäure von 97/98% wird meistens in dieser Weise, d. h. durch Zusatz verdünnter Säure, hergestellt, was aber auf Kosten der Oleumproduktion geht. Deshalb haben für Vorschlagsäure die Konzentrationen auf 93/94er und 97/98er Säure während des Krieges eine so hohe Bedeutung erlangt. Der Eintritt der Friedenszeit dürfte ein Stilllegen vieler Konzentrationen zur Folge haben, auch dürfte die Erzeugung des Oleums auf seine ursprüngliche Herstellungsweise eingeschränkt werden. Der Kammerbetrieb dürfte in absehbarer Zeit wohl kaum verschwinden, im Gegenteil wieder erhöhte Bedeutung erlangen, und außerdem werden viele chemische Fabriken ihre durch Verarbeitung resultierenden verdünnten Säuren weiter selbst konzentrieren, ehe sie durch Bezug von Oleum Ersatz anschaffen, deshalb werden viele Konzentrationen weiter im Betrieb bleiben oder durch vollkommenere ersetzt werden.

II. Krell-Strzodasche Konzentrationen.

Die Krell-Strzodasche Konzentrationen haben während des Krieges Eingang gefunden, leider zu spät, um ihre Bedeutung für die Säurewirtschaft schon während des Krieges voll zur Geltung bringen zu können. Dem Verfasser war es vor mehreren Jahren gelungen, das Neutralesen, ein höchstsäurebeständiges Material, herzustellen und im In- und Auslande einzuführen. Leider war das Material zu spröde, um es für größere Apparate verwenden zu können, was hohe Versuchskosten verursacht hat. Durch sein D. R. P. 272 158, auch patentiert in mehreren Staaten, ist es ihm gelungen, Konzentrationsrohre und Apparateile aus diesem Material mit möglichst säurebeständigem gewöhnlichen Guß ummantelt