

Zeitschrift für angewandte Chemie

Band I, S. 149—164

Aufsatzzteil

20. Mai 1919

Kubierschkyapparate.

Von Zivilingenieur C. H. BORRMANN, Essen-Ruhr.

(Eingeg. 22.2. 1919.)

Die Kolonnenapparate nach Patenten Dr. Kubierschky zum Waschen, Kühlen und Absorbieren von Gasen im Gegenstrom, zum Destillieren von leicht- und schwersiedenden Flüssigkeiten, zum Extrahieren bestimmter Anteile aus Flüssigkeitsgemischen, zum Wiedergewinnen von Lösemitteln usw. haben in der chemischen Industrie vielseitige Anwendung und weite Verbreitung gefunden.

Die Erfolge dieser Apparate sind hauptsächlich darauf zurückzuführen, daß bei ihrer konstruktiven Durchbildung die physikalischen Eigenschaften der zu verarbeitenden gasförmigen und flüssigen Körper eine viel weitergehende Berücksichtigung fanden, als bisher im Apparatebau üblich war, und zwar auf Grund wissenschaftlich einwandfreier Berechnungsmethoden, die bis heute noch nicht Allgemeingut geworden sind.

In weiterem Sinne haben ferner die Kubierschky'schen Konstruktionen grundsätzlich die Durchführung stetiger Arbeitsmethoden gefördert, um die primitiven und kostspieligen Verfahren immer mehr zu verdrängen, welche heute noch in vielen chemischen Fabrikbetrieben anzutreffen sind. So stellen z. B. Gaswascher, Destillierblasen, Rührwerke, Schüttelzylinder usw. meistens Einrichtungen dar, die aus dem Laboratorium ohne weiteres in den größeren Maßstab des Fabrikbetriebes übertragen worden sind, obwohl die moderne Technik in vielen Fällen ganz andere und viel vorteilhaftere Hilfsmittel zu bieten in der Lage ist.

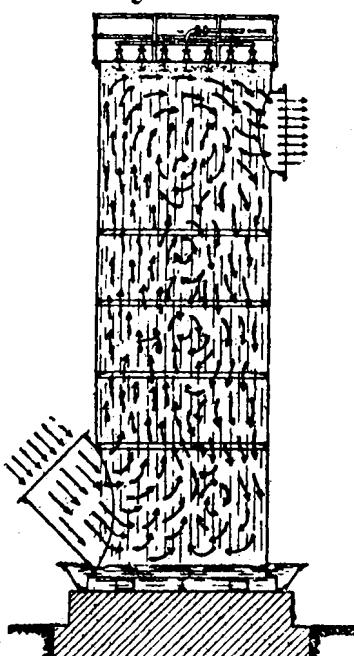


Abb. 1. Gaswascher.

Gaswascher, Kühlr., Kondensatoren.

Ein einfaches Beispiel bieten die Gaswascher mit Koks-, Horden- oder Ringfüllung zum Waschen und Kühlen von Gasen im Gegenstrom durch Berieselung mit kaltem Wasser. Das Kühlwasser wird gut verteilt von oben zugeführt und rieselt in dem Waschturm abwärts, durch die aufgenommene Wärme der Gase sich allmählich erwärmend, so daß es unten warm abfließt. Die Gase läßt man dagegen unten eintreten und erwartet von ihnen, daß sie gleichmäßig über den ganzen Turmquerschnitt nach oben steigen, im Gegenstrom zum Kühlwasser, um durch die obere Austrittsöffnung möglichst tief gekühlt zu entweichen, s. Abb. 1.

Durch die Abkühlung verändert sich jedoch das Raumgewicht der Gase erheblich. Die im Wascher befindlichen, bereits abgekühlten Gase sind daher spezifisch schwerer als die heißen, neu hinzutretenden. Trotzdem verlangt man von letzteren, daß sie die schwereren Gase langsam nach oben verdrängen sollen, wobei sie auch noch den mechanischen Widerstand der fallenden Flüssigkeit zu überwinden haben. Das ist aber physikalisch ebenso widersinnig, als wenn man in einem mit Wasser gefüllten Glaszyylinder das Wasser zum Hochsteigen und Überlaufen bringen wollte, indem man von unten Öl zuleitet. Hierbei wird stets das leichtere Öl nach oben steigen und überlaufen, während das Wasser in dem Gefäß verbleibt.

In ähnlicher Weise wird also auch im oben erwähnten Gaswascher das frische leichtere Gas mehr oder weniger an einer Seite nach oben streben und möglichst ungewaschen entweichen, während die gekühlten, schwereren Gasanteile immer wieder nach unten sinken. Dadurch entstehen falsche Strömungen im Waschturm, welche die volle Ausnutzung des Wascherquerschnitts und der Waschlüssigkeit verhindern. Der schlechte Nutzeffekt dieser Apparate ist vor allem hierauf zurückzuführen.

Es würde deshalb zweckmäßiger sein, die sich abkühlenden Gase von oben nach unten durch den Wascher zu führen, wodurch falsche Strömungen vermieden werden können. Dann muß aber zur Erzielung des Gegenstromes das Kühlwasser von unten nach oben durch den Apparat geleitet werden, was nur durch ein geschlossenes Rohrsystem zwangsläufig möglich ist, und damit muß man auf die wirkungsvollere unmittelbare Kühl- und Waschwirkung verzichten. Eine erhebliche Vereinfachung der Apparate und ein größerer Kühlwasserverbrauch sind dabei unvermeidlich.

Eine viel einfachere Lösung dieser Aufgabe bietet der Kubierschky-Wascher, s. Abb. 2. Dieser ist in mehrere Stufen oder Kammern eingeteilt, durch welche die Kühl- oder Waschlüssigkeit unter wiederholter Verteilung von oben nach unten hindurchrieselt. Die Gase werden nun durch jede der einzelnen Kammern, entsprechend der Zunahme ihres Raumgewichts durch die Abkühlung, von oben nach unten im Gleichstrom mit der Waschlüssigkeit hindurchgeleitet. Die einzelnen Kammern sind jedoch durch Seitenkanäle so miteinander verbunden, daß die Gase aus dem unteren

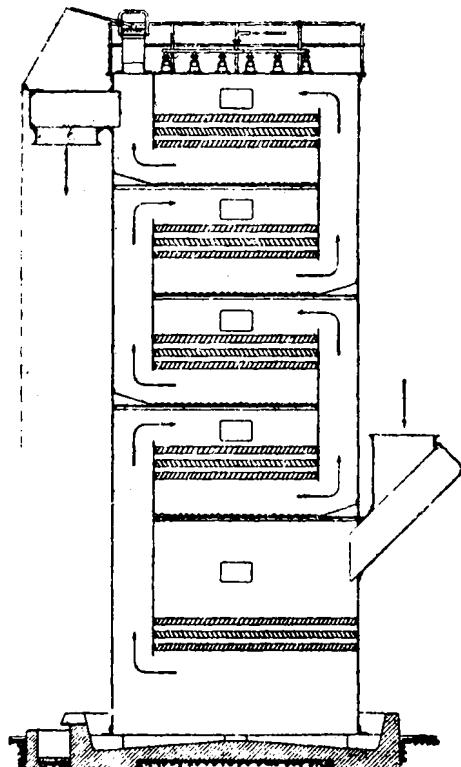


Abb. 2. Kubierschky-Wascher D. R. P.

Teil der einen Kammer in den oberen Teil der nächst höherliegenden Kammer gelangen usf., so daß sie stufenweise doch der Waschlüssigkeit entgegengeführt werden und zum Schluß die oberste, mit dem kältesten Wasser berieselte Kammer durchströmen, ehe sie zum Austritt gelangen.

Die in jede Kammer eintretenden Gase sind stets leichter als der übrige Gasinhalt der Kammer; sie schwimmen deshalb gewissermaßen auf letzterem und sinken mit zunehmender Abkühlung abwärts in dem Maße, als sie durch frisch nachströmende, leichtere Gasanteile verdrängt werden. Dabei kann kein Gasteilchen früher entweichen, als die anderen, die mit ihm dieselbe Temperatur und damit gleiches Raumgewicht besitzen, weil das leichtere Gas niemals durch das schwerere hindurchfallen kann. Deshalb vollzieht sich die Gasbewegung durch die einzelnen Kammern ganz ruhig und gleichmäßig, und bei Einhaltung einer normalen Gasgeschwindigkeit ist es daher möglich, die Gase mit Sicherheit bis auf die Temperatur des eintretenden Wassers abzukühlen, bei theoretischem Kühlwasserverbrauch. Mit einem Kubierschky-Wascher von nur vier Kammern wurden z. B. Koksengase von 80 auf 10° abgekühlt durch Wasser von 10° .

Da die Bewegung der Gase in jeder Kammer durch die gleichgerichtete Fallwirkung des herabrieselnden Wassers noch unter-

stützt wird, so ist auch der Widerstand dieser Apparate außerordentlich gering. Bei Abschluß der Gasleitung wurde sogar in einem Apparat von nur 4 m Höhe in der untersten Kammer eine Saugwirkung von 12 mm WS. infolge des Flüssigkeitsregens festgestellt.

Die Zwischenböden, welche die einzelnen Kammern des Kubierschky-Waschers voneinander trennen, sind so ausgebildet, daß sie nur der Flüssigkeit, nicht aber den Gasen den Durchtritt gestatten. Hierfür liegen bewährte Konstruktionen auch für schwerflüssige Stoffe und unreine Flüssigkeiten vor. Außerdem werden die Kammern noch nach Bedarf mit einem widerstandslosen Einbau versehen, wenn bei bestimmten Aufgaben die Vergrößerung der Waschflächen erforderlich ist.

Mit großem Vorteil finden diese Wascher dort Anwendung, wo es sich um sichere Einhaltung bestimmter Temperaturgrenzen handelt, wie z. B. bei der in Abb. 3 dargestellten Teerscheideanlage zur Teergewinnung aus Generatorgasen. Hier werden die Gase in zwei Stufen abgekühlt, und zwar wird die Temperatur der Gase in der ersten Stufe noch über dem Taupunkt des Wassers gehalten, so daß der Hauptteil des Teers fast wasserfrei ausgeschieden wird, während erst in der zweiten Stufe die Tiefkühlung der Gase stattfindet. Die hierbei noch ausscheidenden leichteren Teeröle lassen sich aber ohne Schwierigkeit vom Wasser trennen, was bei dem zuerst abscheidenden Dickeer, besonders bei Braunkohlengeneratorsteer, nicht der Fall ist.

Zum Kühlen von Gichtgasen wurden Kubierschky-Wascher bereits in großer Anzahl für Einzelleistungen von 30 000—60 000 cbm Gas in der Stunde angewendet, s. Abb. 4.

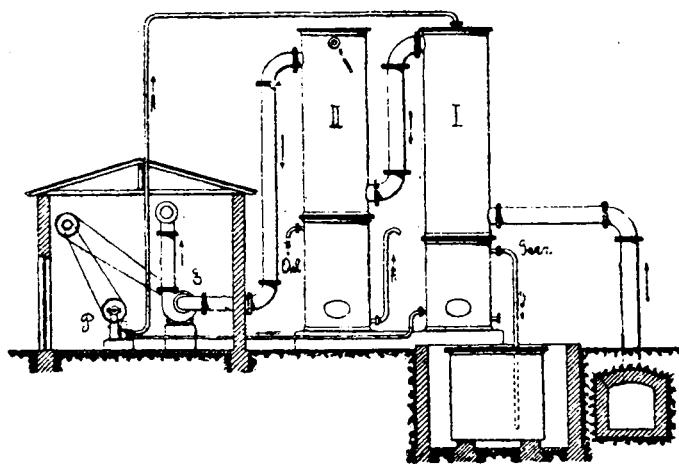


Abb. 3. Teerscheide-Anlage D. R. P.

Auch als Gay-Lussactürme in der Schwefelsäureindustrie und als Gaswascher in der Salpetersäureindustrie haben sich diese Apparate in zahlreichen Ausführungen gut bewährt. An einem Gay-Lussacturm wurde die Druckdifferenz zwischen Ein- und Austritt der Gase bei vollem Betriebe mit 6 mm WS. gemessen.

Was in Vorstehendem über das Waschen und Kühlen von Gasen gesagt worden ist, gilt natürlich in gleichem Maße für das Absorbieren bestimmter Gase, sowie für das Kondensieren von Dämpfen durch unmittelbare Berieselung (Mischkondensatoren). — Auch hier ist eine sichere Gegenstromwirkung und geringer Widerstand zur wirtschaftlichen Durchführung der Aufgabe unerlässlich.

Die großen Abdampfmengen, welche bei Verdampfanlagen und Dampfmotoren aller Art unter Vakuum niederzuschlagen sind, bestehen aus einem Gemisch von Wasserdampf und Luft. Der Wasserdampf soll vollständig kondensiert und die Luft tief abgekühlt werden, damit das von der Luftpumpe abzusaugende Volumen möglichst gering wird. Da aber der Wasserdampf an sich erheblich leichter ist als Luft, und letztere auch noch gekühlt werden muß, so findet auch bei der Kondensation von Abdampf ein Schwererwerden des Dampf-Luftgemisches statt.

Deshalb hat sich auch der Mischkondensator Patent Dr. Kubierschky (Abb. 5) so gut bewährt. Er gewährleistet eine höhere Luftleere bei geringerem Wasserverbrauch und kleineren Abmessungen als jeder andere Kondensator unter sonst gleichen Betriebsverhältnissen. Ebenso spielt bei den Oberflächenkondensatoren die richtige Führung und tiefe Kühlung der

Abluft eine wichtige Rolle für die günstigste Ausnutzung der Kühlfläche, und es ist vielfach gelungen, bei überlasteten Anlagen durch Anwendung dieser Grundsätze eine erhebliche Steigerung der Luftleere zu erreichen.

2. Destillierapparate.

Beim Verdampfen und Destillieren leicht- und schwersiedender Flüssigkeiten in Kolonnenapparaten liegen die physikalischen Verhältnisse in den meisten Fällen ganz ähnlich.

Der zum Abtreiben der zu verdampfenden Flüssigkeitsanteile fast stets benutzte Wasserdampf wiegt bei 100° nur 0,6 kg/cbm, ist also erheblich leichter als die Dämpfe der abzudestillierenden Körper. Die nachfolgende Tabelle enthält die Raumgewichte (Dichte) der Dämpfe solcher Körper, meist bei ihrer Siedetemperatur.

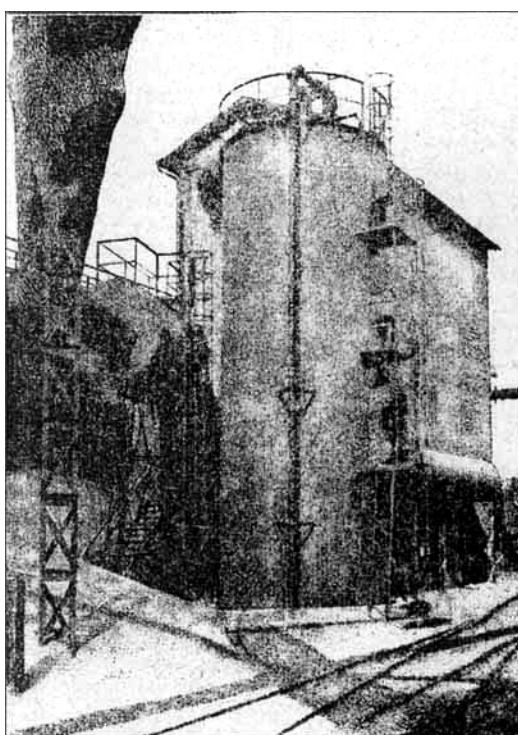


Abb. 4. Cichgashütte D. R. P.

Dampfdichte verschiedener Körper in kg/cbm bei 760 mm Q-S.

Bezeichnung	Formel	Temperatur	Mol.-Gew.	Dichte
Wasser	H ₂ O	100°	18	0,59
Luft	— —	20°	29,7	1,23
Aceton	C ₃ H ₆ O	56,5	58	2,16
Äthyläther	(C ₂ H ₅) ₂ O	35	74	2,95
Äthylalkohol	C ₂ H ₅ OH	80	46	1,62
Ameisensäure	HCO ₂ H	99	46	1,54
Ammoniak	NH ₃	20	17	0,72
Anilin	C ₆ H ₅ NH ₂	182	93	2,54
Anthracen	C ₁₄ H ₁₀	360	178	3,49
Benzol	C ₆ H ₆	80	78	2,72
Brom	Br ₂	60	159,8	5,97
Chlor	Cl ₂	20	70,9	2,90
Essigsäure	CH ₃ CO ₂ H	119	60	1,90
Methylalkohol	CH ₃ OH	66,5	32	1,16
Naphthalin	C ₁₀ H ₈	218	128	3,23
Pentan	C ₅ H ₁₂	37	72	2,88
Hexan	C ₆ H ₁₄	71,5	86	3,07
Octan	C ₈ H ₁₈	124	114	3,56
Dodekan	C ₁₂ H ₂₆	214	170	4,33
Hexadekan	C ₁₆ H ₃₄	288	226	5,00
Octadekan	C ₁₈ H ₃₈	317	254	5,35
Tetracosan	C ₂₄ H ₅₀	460	338	5,66
Hentriacontan	C ₃₁ H ₆₄	540	436	6,60
Pentatriacontan	C ₃₅ H ₇₂	580	492	7,08

Die Zusammensetzung und Dichte von Dampfgemischen bei verschiedenen Temperaturen und Drucken läßt sich hiernach für jede Arbeitsstufe mit Hilfe der Kubierschky'schen Dampfdruckformeln rechnerisch leicht ermitteln (vgl. Angew. Chem. 29, I, 305 [1916]).

Da auch die Gesetze des physikalischen Gleichgewichts zwischen Dämpfen und Flüssigkeiten beliebiger Zusammensetzung bekannt sind, so lassen sich alle maßgebenden Faktoren mit ausreichender Genauigkeit berechnen und die Abmessungen der Apparatur in allen Einzelheiten mit Sicherheit bestimmen.

Die Destillation von Äther, Alkohol, Benzin, Benzol, Erdöli, Teer und ähnlichen Körpern, welche für die Verarbeitung in größerem Maßstabe in Betracht kommen, sollte bei einer zeitgemäßen Anlage nur noch in kontinuierlich arbeitenden Apparaten mit Rücksicht auf deren überlegene Wirtschaftlichkeit erfolgen.

Durch sinngemäße Durchbildung dieser Destillierapparate und der betr. Arbeitsmethoden lassen sich große Ersparnisse in bezug auf Anlage und Betriebskosten erzielen, und hierauf beruhen im wesentlichen die Erfolge der Kubierschkyapparate.

Ein vielfach ausgeführtes Beispiel stellen z. B. die Brom-

apparate System Dr. Kubierschky (Abb. 6), dar. Das sind Destillierapparate, mit welchen in kontinuierlichem Betriebe aus stündlich 5000 l Lauge das in nur geringer Menge (0,25%) darin enthaltene Brom (Siedepunkt 63°) durch Chlor freigesetzt und mittels Wasserdampf möglichst vollständig abdestilliert und gleichzeitig raffiniert wird, so daß das Brom den Apparat handelsfertig verläßt. — Die früher hierfür üblichen Abtreibekolonnen gewöhnlicher Bauart, ausgerüstet mit Füllkörpern beliebiger Form, liefern nur unraffiniertes Rohbrom und gestatteten höchstens ein Ausbringen von 55—60% des vorhandenen Broms, weil die schweren Bromdämpfe in der Kolonne nach unten sanken, und die Lauge deshalb bis zu ihrem Austritt aus dem Apparat mit Bromdämpfen in Berührung war. Sie absorbierte daher immer wieder einen erheblichen Teil des Broms und führte ihn in der Ablaage mit fort. Andererseits strebte der leichte Wasserdampf in der Kolonne nach oben, und auf 1 kg Bromdampf gingen stets 0,4 bis 1 kg Wasserdampf nach den Kondensatoren mit über.

Allein durch Anwendung des Kubierschky'schen Prinzips sank der Wasserdampfgehalt in 1 kg Bromdampf auf 25 g, und die Ausbeute an Brom wurde bis zu 98% gesteigert. In einem Falle wies der Apparat sogar einen Fehler in der Laugenanalyse nach, da die Bromausbeute höher war als der berechnete Bromgehalt. — In dem unmittelbar anschließenden Raffinerapparat F wird nach besonderem Patent das gewonnene Rohbrom von seinem Chlorgehalt befreit, und das Chlor ohne Verlust wieder in den Apparat zur restlosen Verwertung zurückgeführt.

Die Vorteile dieses Apparates werden am besten dadurch gekennzeichnet, daß unter den ausgeführten 30 Anlagen (d. i. die Mehrzahl aller bestehenden Anlagen) sich allein neun befinden, bei denen ein vorhandener Bromapparat älterer Bauart durch einen solchen nach System Dr. Kubierschky ersetzt wurde.

Beider Abtrennung von Benzol und Leichtöl oder Vorprodukt aus Waschöl im Kokereibetriebe sind auch bei den modernsten jetzt üblichen Einrichtungen verhältnismäßig große Apparaturen mit hohem Dampfverbrauch (4 kg Dampf auf jedes Kilogramm Leichtöl) erforderlich. Dieselbe Arbeit wird vollkommener und mit etwa $\frac{1}{4}$ des Wärmeverbrauches nach einem neuen Verfahren in Kubierschkyapparaten durchgeführt, die nur den zwanzigsten Teil so groß sind als die jetzt üblichen Apparate. Auch der Kühlwasserbedarf vermindert sich bei diesem Verfahren auf etwa $\frac{1}{20}$.

In gleich vorteilhafter Weise ist ferner die Gewinnung von Benzin und Leuchtpetroleum oder die Herstellung von Heizöl

(Flux) aus rohem Erdöl durchführbar. Dabei weisen die kontinuierlich arbeitenden Apparate sehr große Leistungen auf bei verhältnismäßig kleinen Abmessungen und ergeben eine viel schärfere Trennung der einzelnen Fraktionen, als mit den bisherigen Einrichtungen erreichbar war.

Ein besonders interessantes Beispiel technischen Fortschrittes bieten die kontinuierlich arbeitenden Teer- und Oldestillieranlagen nach Kubierschky'schem System zur Destillation von Teeren aller Art, Rohöl oder Rückständen bis auf Hartpech. Bei dieser wird nicht nur auf zweckmäßige Behandlung der Öldämpfe, sondern auch des Rohproduktes und der Erzeugnisse größter Wert gelegt, um bei geringstem Wärmeverbrauch eine hohe Betriebssicherheit und große Ölausbeute zu erreichen.

Die bisher üblichen großen Destillierblasen von 10—50 cbm Inhalt stellen an sich eine ständige Betriebsgefahr dar, weil in ihnen die brennbare, hochsiedende Rohflüssigkeit (Teer, Rohöl usw.) tagelang im Sieden erhalten werden muß. Abgesehen von den

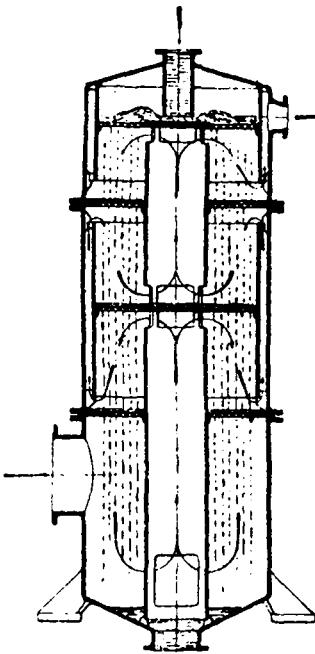


Abb. 5.
Mischkondensator D. R. P.

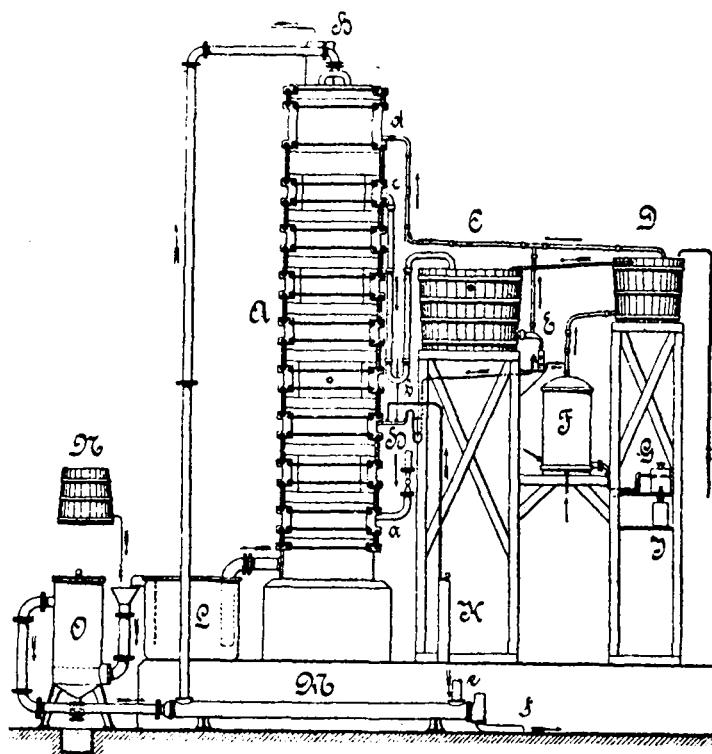


Abb. 6. Brom-Apparat D. R. P.

großen Wärmeverlusten, die hierbei unvermeidlich sind, findet durch die andauernde, hohe Erhitzung eine Zersetzung der schwer-siedenden Öle in leichter siedende Körper einerseits und Koksteine andererseits statt. Das Anbrennen der Koksteine verhindert die Wärmeübertragung und beschleunigt das Durchbrennen der Destillierblasen, welche daher nur eine kurze Lebensdauer haben und häufig zu Bränden Veranlassung geben. Auch das Ablassen der großen Mengen an Rückständen (Pech) bringt Belästigung der Umgebung und Brandgefahr mit sich. Ferner ist beim Blasenbetrieb die Güte der Erzeugnisse in hohem Maße von der Aufmerksamkeit und Erfahrung des bedienenden Arbeiters abhängig.

Eine Teerdestillieranlage nach System Dr. Kubierschky ist in Abb. 7 dargestellt. Die Erhitzung des Teeres findet in einem Rohrsystem des Teererhitzers U durch Koks- oder Gasheizung statt, und zwar außerhalb des Destillerraumes, so daß in diesem selbst überhaupt keine Feuerheizung vorhanden und damit jede Gefahr ausgeschlossen ist.

Es werden stets nur wenige Liter Teer auf einmal erhitzt, und auch diese nur einige Minuten, während sie das Heizsystem in dünnen Strahl rasch durchfließen. In einer anschließenden Destillierkolonne A werden darauf alle verdampfbaren Anteile durch überhitzten Dampf bei einer Temperatur von etwa 315° nach Kubierschky'schem Prinzip abdestilliert, so daß nur Pech von beliebig einstellbarer Härte übrigbleibt. Letzteres fließt bei (1) durch einen Pechkühler in stetigem Strahl frei aus und wird in Pechformen aufgefangen. Jede Gefahr oder auch nur Belästigung für die Umgebung fällt dabei fort.

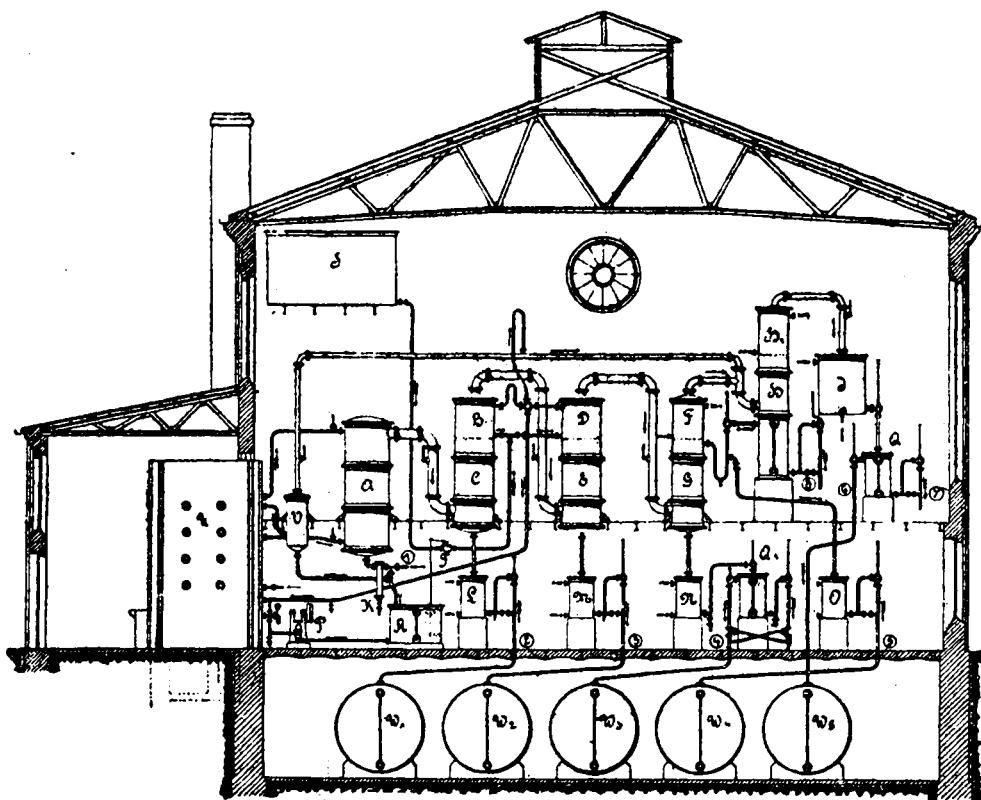


Abb. 7. Teerdestillier-Anlage D. R. P.

Die abdestillierten Oldämpfe werden in den widerstandslosen Kolonnenapparaten C, E, G, H fraktioniert kondensiert, so daß die einzelnen Öle in scharfer Trennung wasserfrei abfließen, und zwar werden bei (2) Anthracenöl, bei (3) Schweröl, bei (4) und (5) Mittelöl, bei (6) Leichtöl und bei (7) Ammoniakwasser stetig aufgefangen.

Das Ammoniakwasser wird unverdünnt, d. h. in gleicher Stärke, wie es im Rohteer vorhanden ist, gewonnen, so daß die Weiterverarbeitung lohnend ist. Das Leichtöl enthält bis zu 90% Benzol.

Durch entsprechende Einstellung der Kühlung an den auf den Kolonnen C, E, G, H sitzenden Rückflußkühlern können die Siedegrenzen der einzelnen Fraktionen in ziemlich weiten Grenzen verändert werden. Zwischenprodukte werden hierbei überhaupt nicht gewonnen, und die einzelnen Fraktionen unterscheiden sich scharf voneinander.

Infolge der kurzen Erhitzungsdauer und die verhältnismäßig niedrige Destillationstemperatur findet kein Zersetzen der schwersiedenden Öle statt, so daß die Ausbeute an letzteren ganz erheblich steigt. Nach einmaliger Einstellung ist eine Bedienung kaum noch erforderlich, sofern nur für eine dauernde Überwachung Sorge getragen wird. Die Anlage arbeitet unter atmosphärischem Druck, eine Luftpumpe ist nicht nötig, und das Pech sowie die Destillate laufen frei ab. Alle Abläufe sind sichtbar und derart geschützt, daß keine übelriechenden oder brennbaren Dämpfe austreten können. Der Wärmeverbrauch ist sehr gering. Auf je 100 kg Teer werden etwa 15 kg Dampf von geringer Spannung benötigt. Die Überhitzung des Dampfes erfolgt mit im Teererhitzer U.

Die neue Arbeitsweise ist auf modernen wissenschaftlichen Erkenntnissen und praktischen Erfahrungen aufgebaut, und die hiernach ausgeführten Anlagen befinden sich seit Jahren in ungestörtem Betriebe. Mit einer dieser Anlagen wurden z. B. aus Steinkohlenteeren verschiedener Herkunft ein Hartpech von 120° Erweichungspunkt dauernd erzeugt, eine Leistung, bei welcher jede Destillierblase in kürzester Zeit zerstört worden wäre. — In einer anderen Anlage wurde aus rumänischen Erdölrückständen (Pakura) ein Zylinderöl abdestilliert von 16,6 Viscosität bei 50° , Flammpunkt 220° , Dichte 0,952 bei 15° , Stockpunkt 7° .

Die Vorzüge der Teer- und Öldestillieranlagen nach Patent Dr. Kubierschky lassen sich demnach wie folgt zusammenfassen:

1. Kein Druck, kein Vakuum, keine Feuergefahr.
2. Stetige Arbeitsweise, scharf getrennte, wasserfreie Fraktionen.
3. Kein Zersetzen der wertvollen Öle, also hohe Ausbeute.
4. Billiger Betrieb, geringer Wärmeverbrauch, wenig Raumbedarf.

Die Anlagen werden in verschiedenen Größen für Stundenleistungen von 500 bis 2500 kg in einem Apparat unter Zerlegung der Destillate in beliebig viele Fraktionen gebaut. Mit ihnen kann z. B. rohes Erdöl unmittelbar in Leichtbenzin, Schwerbenzin, Petroleum, Gasöl, Spindelöl, Maschinenöl, Zylinderöl und Pech zerlegt werden, wobei die Siedegrenzen der einzelnen Fraktionen sich scharf von einander unterscheiden, und die einzelnen Destillate in stets gleichbleibender Reinheit gewonnen werden.

Auch Braunkohlen- und Generatorteere sowie Erdölderstellationsrückstände, Schieferöle usw. lassen sich mit diesen Apparaten gleich gut verarbeiten. Sind die Braunkohlen- und Generatorteere sehr wasserhaltig, und will man die kostspielige Wasserverdampfung im Destillierapparat vermeiden, so muß eine mechanische Entwässerung vorausgehen,

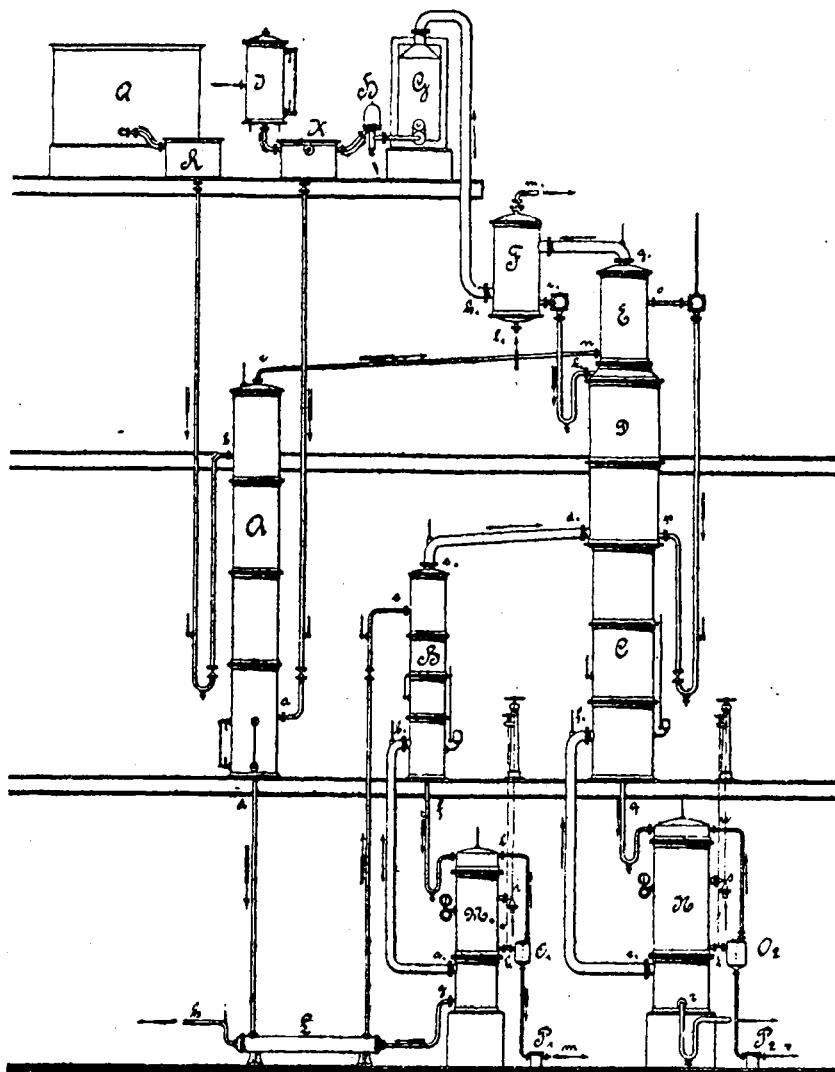


Abb. 8. Extraktions-Anlage für flüssige Körper D. R. P.

mittels welcher der größte Teil des Wassers bis auf etwa 1—2% entfernt wird. Auch hierfür sind besondere Einrichtungen mehrfach mit Erfolg ausgeführt worden.

Die gewonnenen Rohdestillate können nunmehr durch Rektifikation und Raffination weiter veredelt werden. Die Rektifikation oder Reinigung der Destillate geschieht gewöhnlich nach Auskristallisieren des Anthracens, Naphthalins, Paraffins usw. durch wiederholte Destillation, um Reinprodukte herzustellen. Auch hierbei sind durch richtige Wahl, Bemessung und Durchbildung der erforderlichen Apparate in oben angedeutetem Sinne große Ersparnisse an Zeit, Wärme und Arbeit zu erzielen. Häufig ist bei der Anwendung der Kubierschkyapparate mit einer einzigen Redestillation derselbe Erfolg erzielt worden, welcher früher eine drei- bis viermalige Verarbeitung der einzelnen Produkte erforderte.

Zu bemerken ist hierbei, daß bei den hierher gehörenden Destillationsprozessen meist ohne Zusatz von Wasser dampf gearbeitet wird, und daß deshalb die in der Kolonne aufsteigenden Dämpfe gewöhnlich eine Abnahme an Raumgewicht erfahren. Deshalb kommen hierfür vielfach die Spezialkolonnen nach Patent Dr. Kubierschky für leichter werdende Dämpfe in Frage, welche ebenfalls ohne Widerstand arbeiten und eine außerordentlich große Reaktionsoberfläche den aufsteigenden Dämpfen darbieten, bei ganz gleichmäßiger Verteilung der herabrieselnden Flüssigkeit.

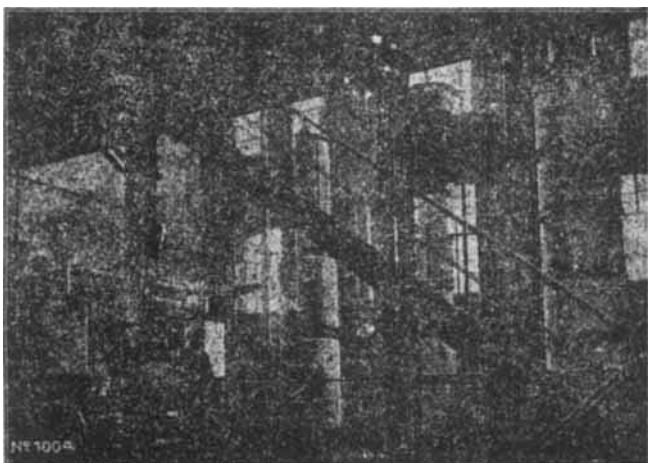


Abb. 9. Öl-Raffinier-Anlage D. R. P.

Die Raffination der Rohdestillate beweckt die Entfernung der ungesättigten Kohlenwasserstoffverbindungen aus den Ölen, welche gewöhnlich ein Verharzen und Nachdunkeln der letzteren herbeiführen. Bisher wurden die Öle meistens in der Weise raffiniert, daß sie nacheinander mit Schwefelsäure, Natronlauge und Wasser gewaschen, d. h. in großen verbleiten Kesseln mit diesen Beimischungen durchgeführt wurden. Die sich dabei absetzende Abfallsäure ist meist wertlos, und die sich entwickelnden schweflige-sauren Gase bilden eine sehr unangenehme Belästigung des Betriebes. Auch sind die Verluste bei diesem Arbeitsprozeß ziemlich groß, und der Verbrauch an Schwefelsäure und Natronlauge ist nicht unerheblich.

Deshalb ist man in neuerer Zeit vielfach mit gutem Erfolge dazu übergegangen, die ungesättigten Verbindungen durch ein Lösemittel in kontinuierlichem Betriebe herauszuwaschen mit Hilfe der

3. Extraktionsapparate Patent Dr. Kubierschky.

Sie dienen zum Waschen von Flüssigkeiten in stetigem Betriebe, um bestimmte Anteile aus Flüssigkeitsgemischen durch ein geeignetes Lösemittel zu extrahieren. Es genügt dabei, daß der herauszulösende Körper leichter in der Waschflüssigkeit löslich ist, als der übrige Teil des Gemisches, um eine scharfe Trennung der beiden Komponenten zu erreichen. Die zu extrahierenden Anteile gehen bei diesem Verfahren nicht als wertloses Produkt wie z. B. in der Abfallsäure verloren, sondern werden für sich in reinem Zustande gewonnen und stellen ein hochwertiges Nebenprodukt dar. Auch das Lösemittel geht nicht verloren, sondern es wird stetig wieder-gewonnen und im geschlossenen Kreislauf immer wieder benutzt.

Der Verbrauch an Lösemittel ist daher verschwindend gering, und der Betrieb stellt sich so wesentlich günstiger, daß z. B. eine Gesellschaft ihre sämtlichen fünf Raffinationsbetriebe nach diesem Verfahren umgebaut hat.

Eine solche Raffinieranlage ist in Abb. 8 siehe S. 152 dargestellt.

Sie besteht aus drei Kolonnenapparaten A, B, C, von denen der erste als Waschkolonne dient. In dieser findet die Extraktion und gleichzeitig die Scheidung der Extraktlösung von dem nicht gelösten Rückstande statt. Da letzterer aber stets auch etwas von dem Lösemittel aufgenommen hat, so wird er, ebenso wie die Extraktlösung, mit je einer besonderen Kolonne B und C durch Destillation von dem Lösemittel befreit. M und N sind die zu den Destillierkolonnen gehörigen Heizkörper. D ist die gemeinschaftliche Rektifizierkolonne, E und F sind Rückflußkühler, G ist der Kondensator und J das Vorratsgefäß für Lösemittel, aus welchem die geringen Verluste ersetzt werden, Q der Hochbehälter für die zu verarbeitende Ausgangsflüssigkeit. Die beiden Komponenten der letzteren laufen unten aus den Destillierapparaten B und C, getrennt voneinander, in stetigem Strom ab. Abb. 9 zeigt eine ausgeführte Anlage dieser Art.

Einen Querschnitt durch eine Waschkolonne nach Bauart Dr. Kubierschky mit eingebauten Kühl- oder Heizelementen zeigt Abb. 10. Welchen Wert der bereits eingangs beschriebene eigenartige Einbau dieser Kolonne auch für den vorliegenden Waschprozeß besitzt, zeigt folgende Überlegung:

Das Lösemittel ist in vielen Fällen spezifisch leichter als die zu behandelnde Rohflüssigkeit. Es wird in den unteren Teil der Waschkolonne eingeleitet, steigt darin in Richtung der eingezeichneten Pfeile aufwärts (die Umführungskanäle sind hier zentrisch angeordnet) und fließt schließlich durch die am höchsten Punkt der Kolonne anschließende Überlaufleitung ab. Die schwerere Rohflüssigkeit wird dagegen dem oberen Teil des Apparates zugeführt, durch den Einbau immer wieder in Tropfen zerteilt und fällt allmählich nach unten. Dabei zerflattern die einzelnen Tropfen in der leichteren Waschflüssigkeit und begünstigen dadurch die Auswaschung, ohne daß hierzu ein Rührwerk oder sonst eine mechanische Vorrichtung erforderlich wäre. Die nichtgelösten Anteile sammeln sich schließlich im Unterteil der Kolonne und werden selbsttätig abgeleitet, während das langsam aufsteigende Lösungsmittel sich nach oben zu immer mehr mit dem schwereren Extrakt anreichert. Die Flüssigkeitssäule in der Kolonne wird also schließlich oben schwerer als unten, sie neigt deshalb nach kurzer Betriebszeit dazu, „umzukippen“ und dadurch die Gegenstromwirkung des Apparates zu stören. Der Kubierschkyeinbau verhindert jedoch durch die eigenartige Führung der Flüssigkeit das Herabsinken der schwereren Extraktlösung aus dem Oberteil der Waschkolonne und gewährleistet eine ruhige, ungestörte Arbeit und vollkommene Ausnutzung des Lösemittels in gesichertem Gegenstrom.

Diese Waschkolonnen haben sich selbst bei ganz geringen Gewichtsunterschieden der resultierenden Flüssigkeiten vorzüglich bewährt und z. B. bei einer Differenz der spez. Gewichte von nur 0,022 eine scharfe Scheidung bewirkt. Ist das Lösemittel dagegen

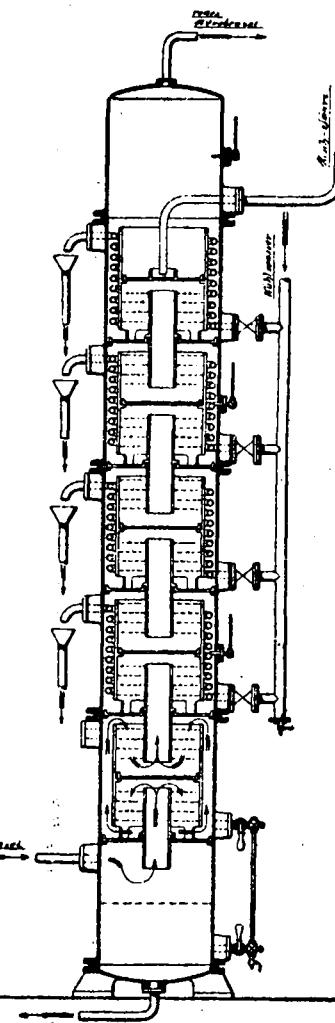


Abb. 10. Waschkolonne Patents Dr. Kubierschky.

schwerer als die zu behandelnde Flüssigkeit, so wird der Waschprozeß umgekehrt durchgeführt.

In gleicher Weise läßt sich auch die Trennung von Ölen und Fettsäuren und eine Reihe ähnlicher Arbeitsprozesse sehr vorteilhaft durchführen, besonders wenn eine scharfe Trennung der Komponenten durch Destillation wegen der nahe beieinander liegenden Siedepunkte oder aus anderen Gründen gar nicht oder nur unvollkommen ausführbar ist. So zeigt z. B. Abb. 11 eine ausgeführte Anlage zum Auswaschen von 600 kg Öl mittels Benzol aus 8000 l Lauge in der Stunde bei kontinuierlichem Betriebe. — Nähere Angaben s. Angew. Chem. 28, L 377 u. 381 [1915].

In gewissen Fällen kommt die Anwendung mehrerer Waschflüssigkeiten nacheinander in Frage, und Abb. 12 zeigt die Lösung

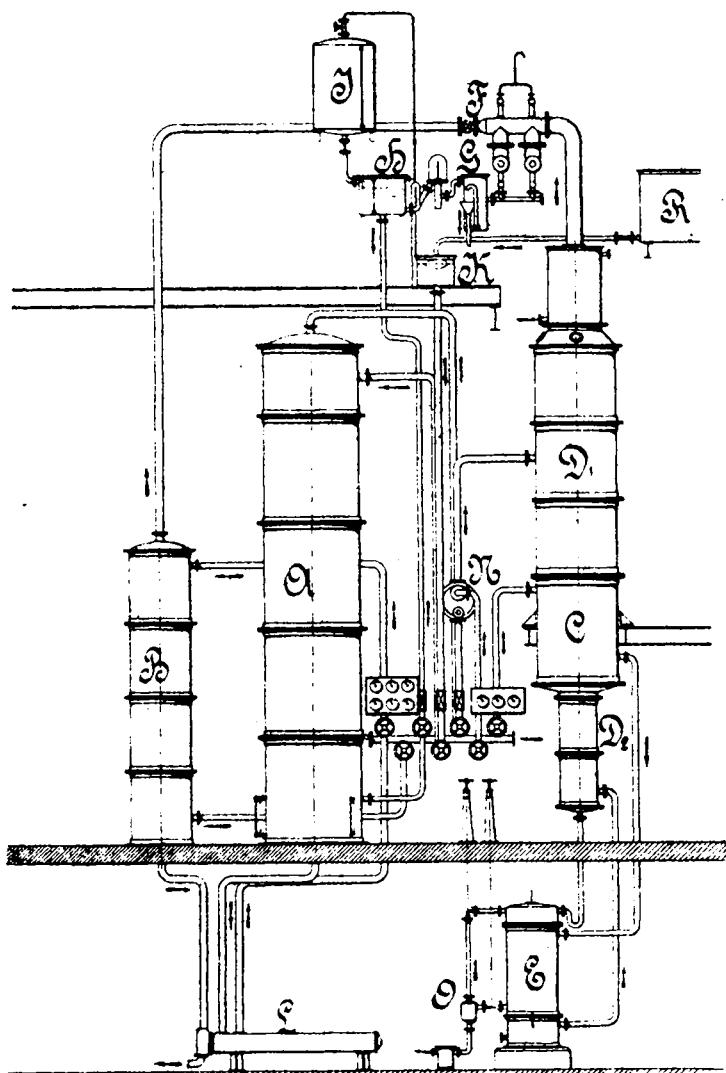


Abb. 11. Benzol-Extraktions-Anlage D. R. P

einer solchen Aufgabe. Die Rohflüssigkeit wird hierbei nacheinander durch die drei Waschkolonnen I, II und III hindurchgeleitet und zwar ganz selbsttätig nur durch den in den einzelnen Apparaten herrschenden Flüssigkeitsdruck. In jeder Kolonne wird sie mit einer anderen Waschflüssigkeit gewaschen, welche ebenfalls automatisch zu- und abgeführt wird, so daß das fertig gereinigte Produkt kontinuierlich abfließt. Infolge der stetigen Arbeit ist auch hierbei die Leistung verhältnismäßig groß bei geringer Raumbeanspruchung der Apparate.

Auch das Nitrieren von Benzol und Toluol sowie das Entsaubern und Waschen der erzeugten Nitrokörper wird auf diese Weise ganz gefahrlos durchgeführt.

4. Lösungsmittelwiedergewinnung.

Schließlich sei hier aus den zahlreichen Anwendungsgebieten der Kubierschkyapparate nur noch ein sehr interessantes Kapitel erwähnt: die Wiedergewinnung von zusammengesetzten Lösungsmitteln.

Die zur Extraktion bestimmter Anteile aus flüssigen und festen Körpern benutzten Lösungsmittel müssen möglichst verlustlos wiedergewonnen werden, wenn die Wirtschaftlichkeit des ganzen Extraktionsverfahrens nicht in Frage gestellt werden soll.

Ist die vollkommene Lösung dieser Aufgabe bei einfachen Lösungsmitteln wie Benzin, Benzol, Trichlorkohlenstoff, Alkohol, Äther, Aceton, Chlorbenzol, Trichloräthylen, schweflige Säure usw. an sich schon nicht ganz leicht, so wird sie wesentlich erschwert, sobald erhebliche Mengen von Luft oder anderen unkondensierbaren Gasen, zum Beispiel bei der Trocknung von Kunstleder, Wachstuch usw., die Lösungsmitteldämpfe verdünnen. Durch entsprechende Einrichtungen lassen sich jedoch hierbei die Verluste auf ein sehr geringes Maß beschränken.

Noch schwieriger wird die Aufgabe, wenn nicht einfache, sondern zusammengesetzte Lösungsmittel für die Extraktion verwendet werden, z. B. Mischungen von Benzol, Benzin oder Trichloräthylen mit Alkohol usw. Solche zusammengesetzten Lösungsmittel vereinigen oft die Vorteile ihrer Bestandteile, während sie deren unerwünschte Wirkungen wesentlich abschwächen, und werden deshalb in neuerer Zeit vielfach mit großem Erfolg angewendet.

Beim Abdestillieren derselben aus der gewonnenen Extraktlösung trennen sich aber die Bestandteile infolge ihrer meist verschiedenen Siedepunkte. Auch bilden sich im Beisein von Wasser unter gewissen Verhältnissen Minimungemische nach bekannten,

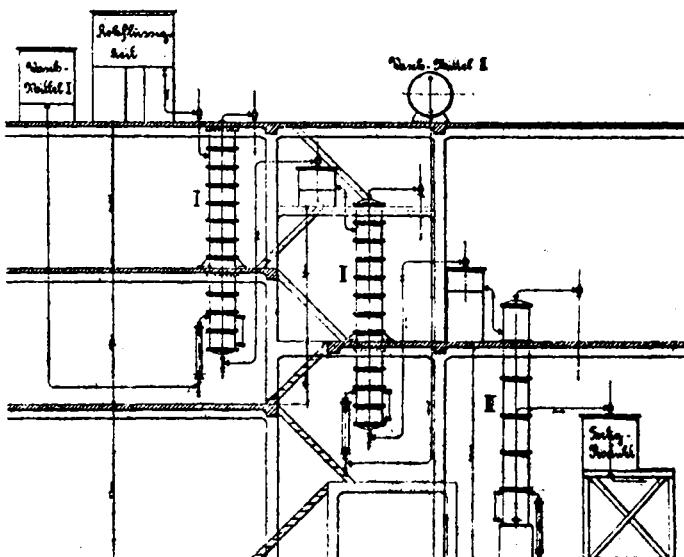


Abb. 12. Extraktions-Anlage mit 3 Waschkolonnen D. R. P.

physikalischen Gesetzen, so daß z. B. aus einem bestimmten Gemisch von Benzol, Wasser und Alkohol das Wasser mit einem Teil des Benzols zuerst abdestilliert, und der Alkohol zurückbleibt. Selbst wenn hierbei auch sämtliche Lösungsmittelanteile abdestilliert und nacheinander aufgefangen werden können, so ist doch immer wieder die Herstellung einer Mischung in dem bestimmten Gebrauchsverhältnis erforderlich, und damit sind stets Verluste und Arbeit verbunden.

Die in Abb. 13 dargestellte Lösungsmittelwiedergewinnungsanlage ermöglicht es, zusammengesetzte Lösungsmittel unmittelbar in derselben Zusammensetzung wiederzugewinnen, wie sie für den Löseprozeß verwendet worden sind, so daß sie ohne weiteres wieder in den Betrieb zurückkehren können. Ein wiederholtes Mischen der betreffenden Körper ist daher nicht erforderlich, und der Alkohol wird z. B. stets in vergällter Form zurückgewonnen, so daß auch eine Steuerüberwachung überflüssig wird.

Diese nach besonderen Patenten gebaute Anlage dient zur Aufarbeitung eines Gemisches von Benzol und Alkohol (Lösungsmittel) mit Öl(Extrakt). Sie besteht aus einem kontinuierlich arbeitenden Rieselverdampfer A, welchen die Extraktlösung aus M durchfließt und dabei den größten Teil des Lösungsmittels in Dampfform abgibt. Die konzentrierte Lösung wird in der Extraktkolonne B, C von den letzten Anteilen an Lösungsmitteln vollständig befreit, so daß bei (1) der Extrakt rein und stetig abfließt, nachdem er im Kühl器 L entsprechend gekühlt worden ist.

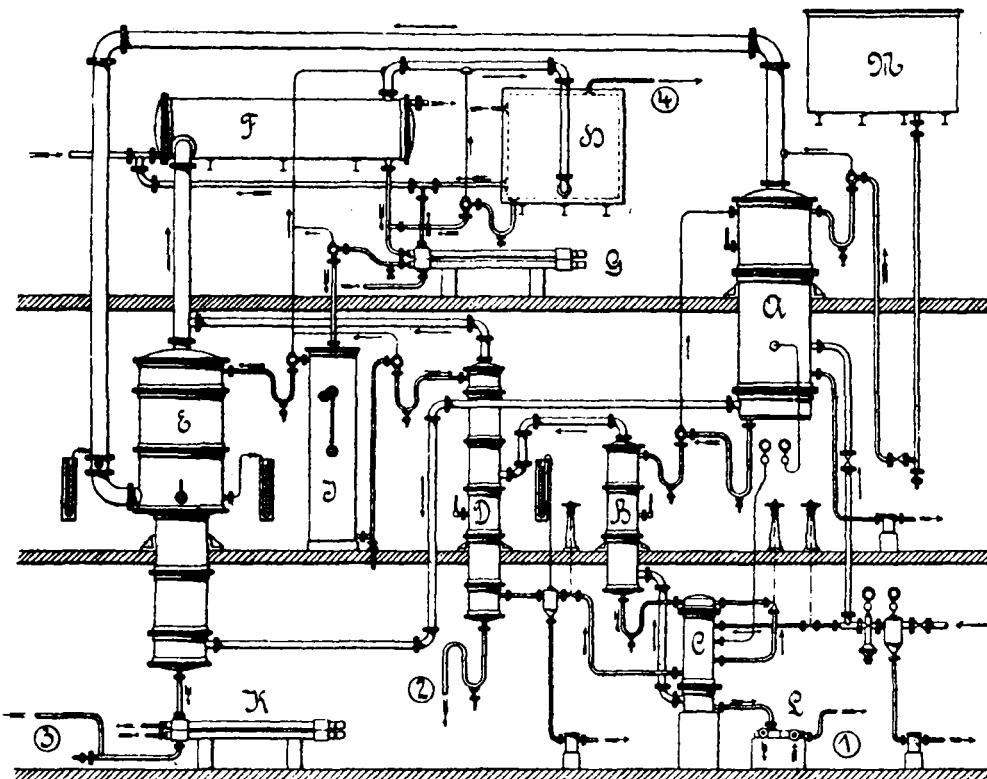


Abb. 13. Anlage zur Wiedergewinnung zusammengesetzter Lösemittel D. R. P.

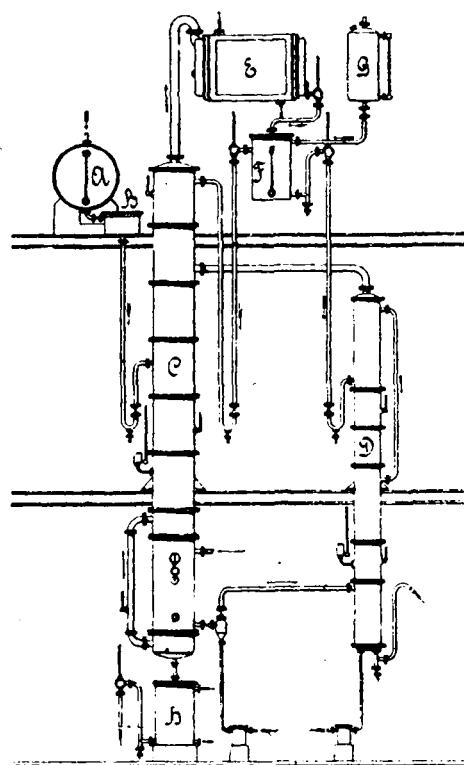


Abb. 14. Anlage zur Darstellung von absolutem Alkohol D. R. P.

Die Destillierkolonnen D und E dienen zur Aufarbeitung des Kondensats aus dem Kühler F, das in der Scheideflasche J vorher in zwei verschiedenen schweren Schichten getrennt worden ist, nämlich eine Benzol-Alkoholschicht und eine wässrige Alkoholschicht. Die letztere fließt nach der Abreibekolonnen D über, und hier wird der Alkohol vom Wasser getrennt, das bei (2) abläuft, während die Arbeit in Kolonne E nach besonders geschütztem Verfahren so geleitet wird, daß aus dieser Kolonne bei (3) das Lösemittel in dem ursprünglichen Mischungsverhältnis, nach Wunsch mehr oder weniger gekühlt abläuft, um unmittelbar in den Arbeitsgang zurückzukehren.

Das Kondensat aus F wird in G gekühlt, und die Abluft des Kondensators F durchstreicht den Nachkühler H, ehe sie bei (4) austritt, um schließlich in einem Gaswascher noch von den letzten Spuren an Lösemittel befreit zu werden, damit von letzterem nichts verloren geht.

Auch für andere Lösemittelgemische sind derartige Anlagen in großem Maßstabe bereits mit Erfolg ausgeführt worden.

Die Gewinnung von absolutem Alkohol durch Destillation auf kontinuierlichem Wege gehört ebenfalls hierher. Die Wasserentziehung erfolgt hierbei nicht durch chemische Beimischungen wie Chlorcalcium oder Ätzkalk, sondern ebenfalls durch Bildung von Minimumsgemischen mit Hilfe von Benzol. Die Apparatur ist in Abb. 14 dargestellt.

Zusammenfassung:

Die vorstehenden Beispiele zeigen, welchen großen praktischen Wert die tiefere rechnerische Durchdringung der zahlreichen, physikalischen Aufgaben, die uns im Fabrikbetriebe täglich entgegentreten, mit sich bringen kann. Gerade in der Behandlung von Gasen und Dämpfen mit Flüssigkeiten und von verschiedenen Flüssigkeiten miteinander sind vielfach noch veraltete, unvorteilhafte Arbeitsmethoden anzutreffen. Ferner werden zusammengehörende Arbeitsvorgänge häufig getrennt durchgeführt, unter Abziehen, Umfüllen und Reinigen der Zwischenprodukte. Dabei sind Verluste ganz unvermeidlich, abgesehen von dem erheblichen Arbeitsaufwand.

Bei den Kubierschkyapparaten wird dagegen auf die richtige Behandlung der Dämpfe und Flüssigkeiten auf Grund ihrer physikalischen Eigenschaften, sowie auf äußerste Vereinfachung des ganzen Arbeitsverfahrens mehr als sonst üblich Wert gelegt. Die bevorzugte kontinuierliche Arbeitsweise ermöglicht große Leistungen in verhältnismäßig kleinen Apparaten bei wenig Bedienung. Durch

die Verbindung sicher arbeitender Apparategruppen werden Zwischenprodukte ganz vermieden, und die gewünschten technischen Ziele mit dem geringsten Aufwand an Kraft und Zeit, ohne Umwege und ohne Verluste, erreicht.

[A. 25.]

Die Bestandteile des Holzes und ihre wirtschaftliche Verwertung.

Von Dr. J. KÖNIG und Dr. E. BECKER in Münster i. W.
(Eingeg. 4./8. 1919.)

Über die Zusammensetzung des Holzes liegen nach den bekannten Schriften von G. Schwalbe¹⁾, E. Kirchner²⁾ und F. Czapek³⁾ nur spärliche und vereinzelte Angaben vor. Um diese Lücke auszufüllen, haben wir⁴⁾ zunächst

1. die verschiedenen Verfahren zur Bestimmung des Lignins einer vergleichenden Prüfung unterworfen.

Zu dem Zweck wählten wir nach dem Vorgange von J. König und E. Rumpf⁵⁾: a) ein 6—7ständiges Erhitzen des fein gemahlenen Holzes mit 1%iger Salzsäure unter einem Druck von 6 Atmosphären. b) Behandeln des Holzes bei Zimmertemperatur mit 72%iger Schwefelsäure nach dem Verfahren von Ost und Wilkening⁶⁾. c) Behandeln des Holzes mit rauchender Salzsäure vom spez. Gewicht 1,21 nach den Angaben von R. Willstätter und L. Zechmeister⁷⁾. d) Behandeln des Holzes mit gasförmiger Salzsäure.

Die letzte Arbeitsweise lehnt sich an das Verfahren von H. Krull⁸⁾ an, der mit Hilfe von gasförmigem Chlorwasserstoff eine vollständige Hydrolyse der Cellulose des Holzes erzielte. Wir ver-

¹⁾ G. Schwalbe, Die Chemie der Cellulose. Berlin 1911.

²⁾ E. Kirchner, Das Papier. Biberach a. d. Ries 1907.

³⁾ F. Czapek, Biochemie der Pflanzen. Jena 1905.

⁴⁾ Vgl. J. König und E. Becker, Die Bestandteile des Holzes und ihre wirtschaftliche Bedeutung. Heft 26 der Veröffentlichungen der Landwirtschaftskammer für die Prov. Westfalen. Münster i. W. 1918.

⁵⁾ Z. Unters. Nahr.- u. Genußm. 1914, 28, 177. Vgl. auch E. Rumpf, Chemie u. Struktur d. Zellmembran. Inaug.-Diss. Münster 1914.

⁶⁾ Chem.-Ztg. 1910, 34, 461.

⁷⁾ Ber. 1913, 46, 4201.

⁸⁾ H. Krull, Versuche über Verzuckerung der Cellulose. Inaug.-Diss. Danzig 1916.