universität innsbruck
Universitäts- und Landesbibliothek Tirol

Universitäts- und Landesbibliothek Tirol

Handbuch der Soda-Industrie und ihrer Nebenzweige

Handbuch der Schwefelsäure-Fabrikation

Lunge, Georg

Braunschweig, 1903

Achtes Kapitel. Die Wiedergewinnung der Salpetergase

urn:nbn:at:at-ubi:2-5160

Chemisches Institut * Universität

Achtes Capitel.

Die Wiedergewinnung der Salpetergase.

Die Wiedergewinnung der Stickstoffverbindungen, welche in dem aus der letzten Kammer noch austretenden Gasgemische von Stickstoff und etwas überschüssigem Sauerstoff vorhanden sind, ist schon früher als eine für die rationelle Schwefelsäurefabrikation durchaus nöthige Maßregel erwähnt worden, welche nicht nur mindestens zwei Drittel des Salpeters, sondern auch ganz erheblich (ein Viertel bis ein Drittel) des Kammerraumes erspart, das Ausbringen an Schwefelsäure erhöht und das Entweichen von sauren Dämpfen in die äußere Luft verhindert. Es existiren dafür mehrere Wege, welche sämmtlich, mit Ausnahme einer einzigen Methode, nur eine kurze Besprechung verdienen. Die einzige wirklich durch die große Fabrikpraxis bewährte und, nach merkwürdig langer Zeit, aber schließlich ganz allgemein von allen gut geleiteten Fabriken eingeführte Methode ist die von Gay-Lussac schon 1827 vorgeschlagene, nämlich die Absorption der Salpetergase durch starke Schwefelsäure.

Die chemischen dabei in Betracht kommenden Thatsachen, nämlich das Verhalten der Oxyde und Säuren des Schwefels und Stickstoffes zu einander, sind im dritten Capitel, S. 132 ff. ausführlich erörtert worden. Hier haben wir es mit den technischen Mitteln zu thun, die man anwenden kann, um den größten Theil der in den Kammeraustrittsgasen enthaltenen Salpetergase wiederzugewinnen. Wir erinnern daher nur an folgende Reactionen. Mäßig concentrirte Schwefelsäure absorbirt aus Gasgemischen kein Stickoxyd, außer wenn Sauerstoff dabei ist, wo dann natürlich höhere Stickoxyde gebildet werden. Salpetrige Säure wird unter Bildung von Nitrosylschwefelsäure absorbirt nach der Formel:

$$2\,H_2SO_4 + N_2O_3 = 2\,SO_2(OH)(ONO) + H_2O.$$

Stickstofftetroxyd (Unterſalpetersäure) wird absorbirt unter Bildung sowohl der eben erwähnten Verbindung, wie auch von Salpetersäure:

$$H_2SO_4 + N_2O_4 = SO_2(OH)(ONO) + HNO_3.$$

Nitrosylschwefelsäure wird zersetzt schon durch Wasser allein:

$$2\,SO_2(OH)(ONO) + H_2O = 2\,H_2SO_4 + N_2O_3,$$

oder durch Wasser und Schwefligsäure:

$$2\,SO_5NH + SO_2 + 2\,H_2O = 3\,H_2SO_4 + 2\,NO.$$

Der gewöhnlichste Apparat zum Aufhalten der Salpetergase vermittelst concentrirter Schwefelsäure ist der von Gay-Lussac 1827 dazu

zuerſt angewendete Koks-Thurm, welcher mit vollſtem Rechte allgemein mit dem Namen ſeines Erfinders bezeichnet wird. Die Leichtigkeit, mit der man durch Hilfe dieſes Apparates nicht allein mindeſtens zwei Drittel des ſämmtlichen Salpeters erſparen, ſondern auch noch andere ſehr bedeutende Vortheile erzielen kann, hätte, wie man meinen ſollte, kurze Zeit nach Bekanntwerden der Erfindung eines ſo berühmten Chemikers zu ihrer allgemeinen Einführung führen ſollen. Aber höchſt merkwürdiger Weiſe wurde nicht nur Gay-Luſſac's Erfindung überhaupt im Jahre 1842 zum erſten Male (in Chauny) ausgeführt, ſondern man mußte auch noch vierzig Jahre nach ſeiner Erfindung ſagen, daß die Mehrzahl der Schwefelſäurefabriken den Gay-Luſſac'ſchen Apparat, oder überhaupt irgend welchen Salpetergas-Aufhalter, nicht beſaßen, und daß manche, die ihn früher angelegt hatten, ihn ſogar wieder abgeſchafft hatten!

Die Schuld daran trug der Umſtand, daß man damals nur die Denitrirung der Nitroſe durch Verdünnung kannte, und daß man meinte, die Koſten der Concentration, der Säurehebung ꝛc. betrügen beinahe ebenſo viel als die Erſparniß an Salpeter. Daß dieſe Erſparniß, welche man übrigens meiſt zu gering (auf die Hälfte) anſchlug, nicht der einzige Vortheil des Abſorptionsthurmes ſei, das wollte damals den Fabrikanten nicht einleuchten. Erſt die große Theuerung des Chiliſalpeters, welche von 1868 bis 1870 eintrat, führte wieder auf den Gegenſtand zurück, und da man auch um dieſe Zeit auf dem Continent die Zuſammenſetzung der Kammergaſe, den Kammerraum ꝛc. genauer zu ſtudiren anfing, wobei die Vortheile eines Ueberſchuſſes von Salpetergaſen in den Kammern, damit alſo zugleich des Abſorptionsapparates für dieſen Ueberſchuß, in die Augen ſprangen, ſo begann man ſolche Thürme wieder anzulegen, um ſo mehr als einzelne Fabriken dieſelben überhaupt nie aufgegeben hatten und ſich dabei ſehr gut ſtanden.

In England, wo man ſich weniger mit der Theorie befaßte, war inzwiſchen eine andere praktiſche Erfindung gemacht worden, welche die einzige weſentliche Schattenſeite des Gay-Luſſac'ſchen Abſorptionsthurmes, die Nothwendigkeit der Säureconcentration, vollſtändig aus dem Wege ſchaffte, nämlich der Glover-thurm. Während vor 20 Jahren noch ſehr wenige Fabriken in England überhaupt ihre Salpetergaſe abſorbirten, haben ſich ſeitdem allmälig alle größeren und beſſeren Fabriken dazu entſchloſſen, den Gay-Luſſac'ſchen Abſorptionsthurm, und zwar faſt immer verbunden mit dem Glover'ſchen Denitrirungsthurm, einzuführen. Daß es noch einzelne Ausnahmen geben mag, iſt ſehr wahrſcheinlich; wir reden aber hier nur von einigermaßen rationell geleiteten Fabriken. So abſprechend und zugleich ſo völlig unbekannt mit dem Weſen des Gay-Luſſac-Apparates, wie dies z. B. H. A. Smith noch im Jahre 1873 war (ſ. Bode's Ueberſetzung, S. 82), waren ſchon damals wenige engliſche Fabrikchemiker. Seine Behauptung, daß der Gay-Luſſacthurm nur aus „Nachläſſigkeit“ hervorgegangen ſei, weil man bei größerer Vorſicht gar keinen Verluſt an Stickſtoffverbindungen zu haben brauche, zeigt, daß ihm gar nicht bekannt war, warum man denn abſichtlich mit einem Ueberſchuſſe von den letzteren arbeitet, den man dann wieder abſorbiren muß, nämlich um ſchweflige Säure vollſtändig zu oxydiren. Sofort nachher ſtellt er Speculationen an, ob man denn auf irgend welche Weiſe die in „der Mehrzahl der Fabriken“ verloren gehende

ſchweflige Säure nutzbar machen könnte — eine Frage, welche beim Arbeiten mit dem Salpetergas-Aufhalter überhaupt gar nicht exiſtirt, weil dann überhaupt nur ein Minimum von SO_2 verloren geht. Die nöthige Antwort auf Smith's Ausführungen hat übrigens zum größten Theil ſchon Bode in ſeiner Anmerkung S. 121 ff. in ſehr gründlicher Weiſe gegeben.

Gay-Luſſac's Abſorptionsthurm für Salpetergaſe

beſteht aus einer am Ende des Kammerſyſtems angebrachten, mehr hohen als weiten Kammer (einem Thurm), deren Wände aus einem der Schwefelſäure widerſtehenden Material gemacht ſind, und deren Inneres mit einem Materiale gefüllt iſt, welches eine ſehr große Oberfläche gewährt. Dadurch wird ein von oben in den Thurm gelangender Strahl von Schwefelſäure in kleine Tropfen zertheilt; zugleich wird durch die lockere Füllung der in dem Thurme aufſteigende Gasſtrom in viele einzelne Strahlen zertheilt und um ſo mehr die Berührung des Gaſes mit den Schwefelſäuretropfen und der die Oberfläche des Füllungsmateriales bedeckenden Säure befördert. Das Princip, welches hierbei angewendet wird, iſt genau daſſelbe, welches ſchon früher bei den „Scrubbers" der Gasfabriken angewendet worden war, um das Leuchtgas durch Waſchen mit Waſſer von Ammoniakſalzen zu befreien, und welches auch bei der Condenſation der Salzſäure in der Sulfatfabrikation angewendet wird (ſ. Band II). Es beſteht immer darin, möglichſt viele Berührungspunkte zwiſchen dem Gaſe und dem Abſorptionsmittel herzuſtellen, und dadurch die abſorbirbaren Subſtanzen möglichſt aus dem Gaſe auszuwaſchen; oder man kann ſich den Inhalt des Thurmes als ein Filter vorſtellen, welches nur das unthätige Gas durchläßt, aber das mit dem Abſorptionsmittel in Wechſelwirkung tretende zurückhält.

Der Grund, warum man einem ſolchen Apparate die Form eines Thurmes (einer Säule) giebt, alſo ihn bedeutend höher als weit macht, iſt der, daß bei Apparaten von bedeutendem Horizontalquerſchnitt es ganz unmöglich iſt, den verhältnißmäßig immer dünnen Strahl der abſorbirenden Flüſſigkeit gleichmäßig über den ganzen Querſchnitt zu vertheilen, und daneben auch noch das Gas zu zwingen, der Flüſſigkeit zu begegnen. Selbſtredend hat das Gas immer die Tendenz, gerade da in die Höhe zu ſteigen, wo ihm der Weg nicht durch eine Flüſſigkeit verſperrt oder verengt iſt, und nur bei ziemlich engen Säulen des Füllungsmateriales wird man es vermeiden können, daß nicht die Flüſſigkeit faſt ganz an einigen Stellen des Thurmes herunterrinnt, während das Gas gerade an den anderen Stellen deſſelben hinaufſteigt, die beiden alſo in zu geringe Berührung kommen und die Flüſſigkeit unten nur wenig beladen mit abſorbirbaren Stoffen ankommt, während das Gas oben noch reich beladen mit denſelben entweicht.

Es ergiebt ſich daraus der Grundſatz: im Allgemeinen einen Apparat für Gasabſorption, wie ſie hier in Frage kommt, nur ſo weit zu machen, daß dem Zuge durch die Füllung kein Hinderniß erwächſt, und den nöthigen Cubikinhalt der abſorbirend wirkenden Füllung durch größere Höhe des Thurmes herzuſtellen. Man erreicht dabei zugleich noch einen anderen Zweck: daß nämlich das Gas,

wenn es unten in den Thurm eintritt und mit abſorbirbaren Theilen reich beladen iſt, eine Flüſſigkeit antrifft, welche ſchon viel von denſelben enthält, alſo nicht ſo leicht mehr noch etwas davon aufnimmt, außer wenn ihm eine reichliche Zufuhr davon geboten wird, wie es aber gerade unter dieſen Umſtänden der Fall iſt. Auf der anderen Seite trifft das Gas hoch oben im Thurme, wenn es ſchon ſeiner abſorbirbaren Theile faſt ganz beraubt iſt, ganz friſche Flüſſigkeit an, welche dieſelben auch aus einem armen Gaſe noch aufzunehmen die Energie beſitzt, während eine ſchon theilweiſe geſättigte Flüſſigkeit auf ein ſolch armes Gas gar keine Wirkung mehr auszuüben im Stande wäre. Daraus ergiebt ſich die von der Praxis vollauf beſtätigte Folgerung, daß man geſättigte Abſorptionsflüſſigkeiten neben erſchöpften Gaſen nur durch eine ziemlich große Höhe der Thürme erreichen könne.

Man kann zwar eine bedeutende verticale Abſorptionsſchicht auch dadurch erreichen, daß man zwei Thürme neben einander ſtellt, und das Gas, welches oben aus dem erſten Thurme austritt, in einem Rohre nach unten leitet und wieder in dem zweiten Thurme nach oben aufſteigen läßt. Im Allgemeinen iſt jedoch dieſe Einrichtung nicht zu empfehlen, und zwar aus zwei Gründen. Erſtens erleidet man dadurch einen Verluſt an Zugkraft, weil man dem Gaſe die ihm unnatürliche Richtung nach unten auf einem Theile ſeines Weges anweiſen muß, und ſeine Reibung in dem Verbindungsrohre groß iſt; zweitens erlangt man dabei allerdings leicht eine vollkommene Auswaſchung des Gaſes, aber nicht zugleich eine geſättigte Abſorptionsflüſſigkeit, ſondern man muß beide Thürme mit Flüſſigkeit ſpeiſen und erhält dieſelbe im Durchſchnitt nur halb ſo geſättigt, als wenn man einen Thurm von der Höhe beider mit einem einfachen Flüſſigkeitsſtrahle geſpeiſt hätte. Nur wo es auf die Verdünnung der Abſorptionsflüſſigkeit nicht ankommt, iſt es oft bequemer, zwei Thürme hinter einander, als einen doppelt ſo hohen Thurm anzuwenden. Neuerdings, wo man die Gay-Luſſacthürme weit mehr Arbeit als früher verrichten läßt, muß man allerdings in vielen Fabriken zwei Thürme anlegen, und ſpeiſt dann den erſten mit der vom zweiten ablaufenden Säure, die man zu dieſem Zwecke wieder heben muß. Keinesfalls iſt es anzurathen, wie man es in vielen Büchern und in manchen unzweckmäßig angelegten Fabriken findet, den Abſorptionsthurm, aus übel angebrachter Sparſamkeit, von doppeltem Horizontalquerſchnitt anzufertigen, durch eine Verticalwand in zwei Theile zu theilen und das Gas in einer Abtheilung hinauf- und in der anderen herabgehen zu laſſen. Man erreicht dabei nur eine unbedeutende Erſparniß in der Anlage gegenüber der zweier Thürme oder eines doppelt ſo hohen Thurmes; man opfert dagegen diejenige Hälfte des Thurmes, in welcher das Gas abſteigt, faſt ganz nutzlos auf, weil hier, wo das Gas und die Flüſſigkeit ſich in derſelben Richtung bewegen und ſehr wenig Reibung zwiſchen ihnen ſtattfindet, erfahrungsgemäß auch ihre gegenſeitige Wirkung höchſt unbedeutend iſt, und beide meiſt friedlich in geſonderten Strömen neben einander hinunter gehen, und unten faſt ganz unverändert ankommen. Man kann nur dann die Einrichtung eines Doppelthurmes gebrauchen, wenn man in dieſem die Zwiſchenwand ganz durchgehend macht, und das Gas aus der einen Abtheilung durch ein beſonderes Rohr nach unten führt, um es auch in der zweiten nach oben aufſteigen und dem Säure-

regen begegnen zu laſſen. Dies kommt dann mit der Einrichtung zweier neben einander liegender Thürme überein.

Was die Weite des Abſorptionsthurmes betrifft, ſo muß man berückſichtigen, daß ein ſolcher erheblich weiter ſein muß als ein leeres Rohr, welches für den Gasſtrom vollſtändig genügen würde, nicht allein, weil die Füllung des Thurmes einen bedeutenden Theil ſeines Querſchnittes in Anſpruch nimmt und nur der geringere Theil deſſelben als lichte Oeffnung bleibt, ſondern auch darum, weil die Füllung abſichtlich ſo eingerichtet ſein muß, um den Gasſtrom in möglichſt viele einzelne, fortwährend in ihrem Wege abgelenkte Strahlen zu zertheilen, und ihn einer möglichſt großen Reibung an den mit Abſorptionsflüſſigkeit benetzten Oberflächen der Füllung auszuſetzen. Der Thurm muß alſo um ſo viel weiter ſein, um auch dieſer abſichtlich vermehrten Reibung Rechnung zu tragen. Ferner iſt auch dieſes in Berückſichtigung zu ziehen: je langſamer der Gasſtrom iſt, um ſo mehr Zeit wird für die Wirkung der Abſorptionsflüſſigkeit gegeben, und um ſo vollkommener wird dieſe ſein; man müßte demnach dem Thurme gerade einen recht weiten Querſchnitt geben, um den Gasſtrom zu verlangſamen, und wenn man auch darin aus den oben entwickelten Gründen nicht ſehr weit gehen darf, ſo ergiebt ſich doch daraus der Schluß, daß man ein gewiſſes Mittel innehalten muß; man ſoll den Thurm weit genug machen, um den Zug nicht zu behindern, und um dem Gaſe hinreichende Zeit zur Berührung mit der Flüſſigkeit zu laſſen, aber nicht ſo weit, daß die Flüſſigkeit ſich nicht mehr gleichmäßig vertheilen läßt, und das Gas ihr ausweichen kann. Berechnungen laſſen ſich natürlich über die richtige Weite unmöglich anſtellen; es kann nur die praktiſche Erfahrung entſcheiden. Früher nahm man an, daß gewöhnliche, mit Koks gefüllte Gay-Luſſacthürme nicht viel über 2 m weit ſein dürften, um eine gleichförmige Vertheilung der Gaſe und der Säure zu erreichen, aber neuerdings hat man Thürme von über 4 m Weite gebaut, und will auch bei dieſem großen Querſchnitt keine Nachtheile geſpürt haben.

Die Dimenſionen des Abſorptionsthurmes richten ſich nothwendigerweiſe nach denjenigen des Kammerſyſtemes; man kann ſeinen Cubikinhalt im Minimum auf 1 Proc. von demjenigen des Kammerraumes annehmen. Für Syſteme von 4000 bis 6000 cbm Inhalt ſollte man allerwenigſtens einen Thurm von 1,8 m Durchmeſſer, reſp. Seite, und 15 m Höhe haben; für ein ſolches von 2000 bis 3000 m genügt ein Thurm von 1,2 bis 1,5 m Durchmeſſer und 12 m Höhe. Beſſer macht man in beiden Fällen den Thurm noch 3 m höher als angegeben; man wird um ſo mehr an Abſorptionsſäure ſparen, je höher der Thurm iſt, und einen je längeren Weg ſie mithin zu machen hat. Das Obige bezieht ſich übrigens auf den Betrieb mit Pyriten; bei Rohſchwefel braucht der Thurm nicht über 8 m hoch zu ſein.

Unzweifelhaft geſtattet ein größerer Raum zur Abſorption, etwa 2 Proc. vom Kammerraum, mit bedeutenderer Erſparniß an Salpeter als obige Abmeſſungen zu arbeiten; bei größeren Kammerſyſtemen wird man aber dieſen Raum jedenfalls auf zwei Thürme vertheilen müſſen. In der That hat man poſitive Erfahrungen der Art an vielen Orten gemacht. So fiel z. B. in der chemiſchen Fabrik zu Jarrow, als der Cubikinhalt der Gay-Luſſacthürme auf

90 Cubikfuß für jede wöchentlich verbrannte Tonne Pyrit (d. i. 2 Proc. des Kammerraumes) gebracht wurde, der Salpeterverbrauch von 1,45 auf 1,05 Thle. für 100 Thle. Pyrit. Aehnliche Erfahrungen habe ich aus Runcorn gehört. Eine Tabelle der Gay-Lussac- und Gloverräume der Fabriken in Lancashire findet sich oben, S. 341. Die neuesten deutschen und französischen Fabriken gehen sogar bis zu 3 Proc. des Kammerraumes.

In Griesheim werden die sieben gewöhnlichen, zu ebenso vielen Kammersystemen gehörigen Gay-Lussacthürme vervollständigt durch einen gemeinsamen Thurm von 9 m Breite, 3 m Länge und 9 m Höhe, der mit Koks gefüllt ist. Dieser Thurm wird mit Säure von 60 bis 62° B. im Betrage von fünf Sechsteln der ganzen Tagesproduction gespeist, welche durch einen großen und sechs kleinere Vertheiler in 480 einzelne Strahlen zertheilt wird. Die schwache, hier entstehende Nitrose wird zur Speisung der sieben gewöhnlichen Gay-Lussacthürme verwendet, und wird meist auf eine Stärke gebracht, welche 60 g $NaNO_3$ im Liter entspricht. Auf diesem Wege ist der Salpeterverbrauch auf 0,83 $NaNO_3$ pro 100 H_2SO_4 verringert worden. Dadurch, daß die sieben Einzelthürme später in einen gemeinsamen Thurm münden, werden die unvermeidlichen Verschiedenheiten der Gasgemische ausgeglichen; man kann also z. B. eines der Kammersysteme, in das die Säure aller übrigen einfließt, absichtlich schwefelig halten, und dadurch die Kammersäure ebenfalls schwefelig machen, also für die Concentration in Platin sehr gut vorbereiten, ohne daß dies dem Processe schadet, da die ziemlich viel SO_2 enthaltenden Austrittsgase dieses Systemes ja in dem großen Endthurme mit an Stickstoffoxyden reichen Gasen zusammentreffen und so die SO_2 im Thurme selbst zurückgehalten wird.

Auf den verschiedenen, der Gesellschaft von Saint-Gobain, Chauny und Cirey gehörigen Fabriken betrug der eigentliche „active“ Arbeitsraum (d. h. der mit Koks erfüllte Raum) der Gay-Lussacthürme früher etwas über 5 cbm für je eine Tonne Pyrit, der in 24 Stunden verbrannt wurde, oder 0,7 bis 1 Proc. des Kammerraumes. Neuerdings ist dieser Raum sehr vergrößert worden und beträgt jetzt 13 bis 15 cbm für eine Tonne Pyrit, oder 2 bis 3 Proc. des Kammerraumes. Dies schließt also den Raum unterhalb des Rostes, denjenigen oberhalb des Koks und den durch das Ziegelfutter beanspruchten Raum nicht mit ein, während man sonst meist den ganzen Raum innerhalb des Bleimantels rechnet.

Die Fundamente des Thurmes müssen selbstredend sehr solide, und wenn möglich so construirt sein, daß etwa überfließende Säure sie nicht beschädigt. Man macht sie gern so hoch, daß der Abzug für das Gas aus der letzten Kammer nicht abwärts zu steigen braucht, um in den Thurm einzutreten; doch würde dies bei sehr hoch fundamentirten Kammern bedeutende Schwierigkeiten und Kosten verursachen, und man baut dann den Thurm nur so hoch vom Boden, daß von seinem Boden Fall für ein Säurereservoir und von diesem nach der Hebevorrichtung für die Nitrose bleibt.

Meist bestehen die Fundamente aus einem massiven Mauer- oder Steinwerk, oder aber aus einem 0,5 m dicken, auf zwei starken Pfeilern ruhenden Gewölbe. Zuweilen nimmt man gußeiserne Säulen, auf welche schmiedeiserne oder gußeiserne Träger gelegt werden; über diesen folgen dann T-Eisen oder Eisenbahn-

schienen, so eng zusammengelegt, daß sie einen zusammenhängenden Boden bilden. Alles Eisen-, Ziegel- oder Steinwerk muß mit (oft erneuertem) Theeranstrich versehen und oben noch mit einem Bleiblech abgedeckt werden, welches alle herunterstropfende Säure von den Pfeilern weg an einen unschädlichen Ort ableitet. Auch bei den Gloverthürmen muß man mit den Fundamenten ähnlich verfahren.

Das Gerüst von Gay-Lussacthürmen wird zuweilen aus Winkeleisen, aber weit häufiger aus Holz gemacht. Bei eckigen Thürmen werden diese Gerüste auf die bekannte, auch aus den folgenden Zeichnungen ganz deutliche Weise errichtet. Für cylindrische Thürme von mäßigem Querschnitt macht man am zweckmäßigsten ein Gerüst aus vier Ständern, welche in den Ecken eines Quadrates stehen; an diesen sind alle 2 m hoch gußeiserne Consolen befestigt, von denen an Haken breite Eisenreifen (etwa 8 cm breit) herabhängen, welche sich eng an den Thurm anschließen und den Bleimantel unterstützen. Thürme von großem Querschnitt baut man wie runde Gloverthürme (s. u.).

Das Holzgerüst muß bei Gay-Lussacthürmen (und noch mehr bei Gloverthürmen) ebenso sorgfältig vom Blei entfernt gehalten werden, wie bei den Bleikammern selbst (S. 313, 320 u. s. w.).

In den meisten Fällen macht man den Absorptionsthurm aus Blei und füllt ihn mit Koks. Das Blei wird in continentalen Fabriken oft unnöthig dick genommen (6 bis $12^1/_2$ mm), in englischen oft nicht mehr als 3 mm stark, selbst nur 2,6 mm, wie die Kammern selbst; besser aber doch $3^1/_2$ mm, mit etwas stärkerem Boden. Es ist kein Grund vorhanden, warum man stärkeres Blei nehmen sollte; die Gase und die Säure sind in dem Apparate ganz kalt oder nur ganz mäßig warm, sollen in der That so kalt wie möglich sein, und der Seitendruck der Koks ist bei richtiger Schichtung nicht so stark, daß er Besorgniß einflößen könnte. Ohnehin ist ja die Bleiwand nothwendigerweise immer durch ein Gerüst gestützt. Man findet runde und viereckige Thürme; die ersteren ersparen an Blei für den gleichen Querschnitt. Häufig findet man sie mit Ziegeln inwendig ausgekleidet, welche beim Einfüllen der Koks trocken mit eingesetzt werden; man nimmt dazu oft nur 25 mm dicke Fliesensteine, um nicht zu viel Raum wegzunehmen. Der Zweck davon ist der, zu verhindern, daß bei dem unvermeidlichen Setzen der Koksfüllung ein scharfes Stück einen Riß in das Blei machen könnte. Es scheint kaum der Mühe werth, wegen einer so unbedeutenden Sache, der sich so leicht durch Auflöthen eines Flickens Blei abhelfen läßt, die Kosten der Ziegelauskleidung zu unternehmen, und dabei zugleich den Thurm factisch um so viel enger zu machen; den Seitendruck der Koks verhindert man nur, wenn man mindestens eine ganze Ziegelstärke (0,225 m) zur Auskleidung verwendet, was man meist doch nicht thut, weil es gar so viel Raum wegnimmt. Allerdings ist nicht zu leugnen, daß die mit Ziegeln ausgekleideten Thürme reinlicher als die nicht ausgekleideten aussehen, bei denen man oft Ausbiegungen durch Koksstücke bemerken kann.

Bei viereckigen Thürmen sollten die die Seiten bildenden Bleitafeln von oben bis unten aus einem Stück sein und an den Ecken umgebogen werden, um mit der nächsten Seite zusammengelöthet zu werden (Fig. 204 a. f. S.). Der Ueberstand muß hier, wie auch bei den Gloverthürmen, nach außen liegen,

weil ſonſt das Blei hier ſehr ſchnell zerſtört wird. Der Boden wird aus einer einzigen Tafel gemacht, deren Kanten aufgebogen werden, um das Schiff zu bilden; die in den Ecken übrig bleibenden Stücke werden nicht ausgeſchnitten, ſondern das Blei wird nur umgefaltet, ſo daß hier keine Löthung nothwendig iſt (Fig. 205).

Runde (cylindriſche) Thürme werden aus einzelnen Bleiringen oder Trommeln zuſammengeſetzt, welche über einander mittelſt Laſchen an den ſenkrechten Ständern angenagelt, oder noch beſſer in der Art befeſtigt werden, daß man den Ueberſtand der Löthnaht über die an den Ständern aufgehängten Eiſenreifen herüberbiegt. Dies ſchützt die Reifen gegen die Säure und ſtützt zugleich den Thurm ſehr gut. Wenn mehr als vier Ständer vorhanden ſind, ſo muß man einen derſelben während des Baues auslaſſen, um die Bleitrommeln einführen zu können.

Fig. 204.

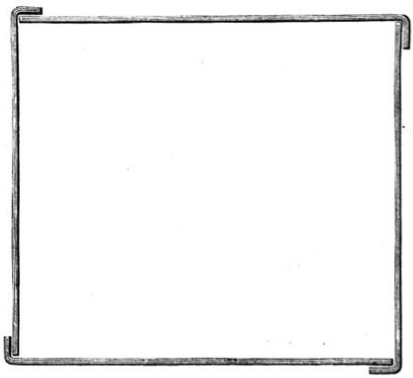
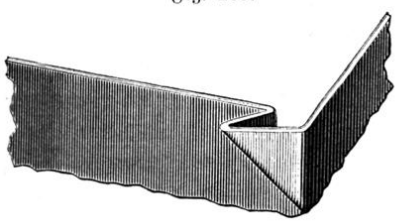


Fig. 205.



In Südfrankreich findet man auch achteckige, aus Volvic-Lava wie ein Salzſäure-Condenſationsthurm erbaute Gay-Luſſacthürme ohne Bleimantel.

Die innere Füllung der Gay-Luſſacthürme beſteht meiſt aus Koks. Dieſes Material wird meiſt, und wurde früher allgemein als das beſte für den vorliegenden Zweck dienliche angeſehen, weil ſeine unregelmäßige Geſtalt und rauhe Oberfläche dem Gaſe eine große Berührungsfläche mit der Flüſſigkeit darbietet. Auch iſt das verhältnißmäßig geringe Gewicht des Koks ein Vortheil gegenüber einer Füllung aus Glas, Steinzeug, Kieſeln u. dergl. Zwei Vortheile jedoch, die man für Koks ebenfalls in Anſpruch nimmt, ſind in Wirklichkeit nicht vorhanden. Der eine iſt der, daß die Koks in Folge ihrer Poroſität eine große innere Oberfläche für die Gegenwirkung von Gas und Flüſſigkeit darbieten. Das iſt aber ein großer Irrthum; einmal ſind poröſe Koks überhaupt für einen Koksthurm gar nichts werth, ſondern nur ganz dichte, und zweitens würden ſich ja die Poren ſofort mit Flüſſigkeit vollſaugen, die mit dem außen daran vorbeiſtreichenden Gaſe gar nicht in Berührung kommt. Nicht ihrer Poroſität wegen, ſondern ihrer viel rauheren und dadurch größeren Oberfläche wegen haben die Koks einen Vorzug vor Glas- und Thonſcherben ꝛc. Man muß ſogar in dieſer Beziehung höchſt ſorgfältig in der Auswahl der Koks ſein. Retortenkoks (Gaskoks) ſind überhaupt gar nicht zu gebrauchen, nur die härteſt gebrannten Ofenkoks (Schmelzkoks), welche klingend und ſo wenig porös wie möglich ſind. Ihre Farbe ſoll ſilberweiß, nicht matt-

ſchwarz ſein. Man muß ſie ſorgfältig ausſuchen, und alle mattſchwarzen Stücke verwerfen. Zuerſt lieſt man nur die großen Stücke aus, welche oft 30 cm und darüber lang ſind; dieſe werden in regelmäßigen horizontalen Schichten, möglichſt einander kreuzend, zunächſt über dem Roſte des Thurmes eingelegt, wobei jedes Stück mit der Hand gelegt werden muß, ſo unbequem es auch iſt, daß der Arbeiter dazu an den Boden des Thurmes herabgelaſſen werden und ſein Material auf demſelben Wege erhalten muß.

So wird das erſte Drittel des Thurmes gefüllt; dann kommen etwas kleinere Stücke, und für das letzte Drittel können noch kleinere, und zwar einfach aus Körben hineingeſtürzt, verwendet werden; doch geht nichts hinein, was nicht durch ein Sieb mit 75 mm weiten Maſchen von allem Grus befreit worden iſt. Wenn ein Koksthurm nicht auf das Allerſorgfältigſte gefüllt worden iſt, ſo wird entweder darin der Zug zu ſehr gehindert, oder dem Gaſe zu freier Weg gelaſſen werden; oder aber, was dann der häufigſte und der ſchlimmſte Fall iſt, an einigen Stellen iſt die Füllung zu loſe und die Abſorption dadurch ſchlecht, an anderen aber zu dicht und der Zug dadurch behindert.

Weiche, poröſe Koks ſind aus zwei Gründen durchaus zu verwerfen: erſtens können ſie den Druck der darüber lagernden Säule nicht aushalten, ſondern werden zermalmt und hindern dann den Zug; zweitens werden ſolche weiche Koks durch die Nitroſe bald angegriffen und in einen dicken Brei verwandelt, welcher ebenfalls in höchſt ſtörender Weiſe auf den Zug wirkt, und dazu führen kann, daß man den Thurm ausſchalten und umpacken muß.

Ein anderer für Koks in Anſpruch genommener Vortheil muß ebenfalls als unbegründet zurückgewieſen werden, nämlich der, daß er durch die im Gay-Luſſacthurme vorhandenen Gaſe und Flüſſigkeiten nicht chemiſch angegriffen werde. Im Gegentheil habe ich ſchon vor längerer Zeit gezeigt (Chem. Ind. 1885, S. 31), daß Folgendes der Grund der feſtſtehenden Erſcheinung iſt, wonach die Nitroſe nur unter ganz abnormen Umſtänden Salpeterſäure enthält, ſelbſt wenn in den in den Thurm eintretenden Gaſen N_2O_4 vorhanden iſt. Der Koks reducirt nämlich die urſprünglich aus dem N_2O_4 entſtehende Salpeterſäure zu Nitroſylſchwefelſäure, allerdings nur langſam bei gewöhnlicher Temperatur, aber raſch und vollkommen bei etwas höherer Temperatur, ſage 30 bis 40°. Neuerdings (Zeitſchr. f. angew. Chem. 1890, S. 195) habe ich dann gezeigt, daß dieſe Wirkung weiter geht und daß auch die ſalpetrige Säure durch den Koks reducirt wird, indem Stickoxyd und Kohlenſäure entſtehen. Allerdings geht dies bei gewöhnlicher oder nur mäßig erhöhter Temperatur nur ſehr langſam vor ſich; aber ſelbſt dann iſt doch die Wirkung ſchon merklich, und bei Temperaturen über 70° iſt ſie ſehr ſtark (drittes Capitel, S. 148). Dies erklärt ohne Zweifel einen Theil der Verluſte bei der Schwefelſäurefabrikation und ſcheint dafür zu ſprechen, daß man eine Füllung anwenden ſoll, auf welche die Salpeterverbindungen in keiner Weiſe chemiſch wirken können. Nach Mittheilungen von Herrn Benker müſſen in der That in manchen Fabriken die Koksthürme alle Jahre neu gefüllt werden, und an Orten, wo man die Koksfüllung durch Boeing'ſche Thoncylinder (vergl. unten bei dem Gloverthurm) erſetzt hatte, wurde die Nitroſe viel ſtärker als ſie bei Koksfüllung geweſen war.

Natürlich ist die Einwirkung auf dichten Koks geringer als auf porösen Koks, wie auch meine Versuche direct erwiesen haben. Der letztere widersteht nicht einmal der Wirkung von reiner concentrirter Schwefelsäure, ohne seine Structur zu verlieren. Schließlich aber werden alle Arten Koks allmälig abgenutzt und lange, ehe der wirkliche Gewichtsverlust eine Neufüllung des Thurmes nöthig machen würde, verstopft schon der durch Zerfallen eines Theiles des Koks gebildete Schlamm den Zug in unerträglicher Weise. Ausspülen des Thurmes durch einen starken Wasserstrahl hilft zuweilen, aber lange nicht immer. Bei säurefester Füllung ist ein solches Ausspülen viel wirksamer, also bei Boeing'schen Cylindern und besonders bei Plattenthürmen (s. u.), die man auch viel schneller als Koksthürme umpacken kann.

Man hat bisweilen bei sehr hohen Thürmen an zwei oder drei Stellen die Füllung durch Roste aus überbleiten Eisenstangen getheilt, um die Belastung durch die Füllung zu verringern. Da aber die Füllung sich unausbleiblich allmälig setzt, so werden die Roste nach unten gedrückt und können leicht die Seitenwände zerreißen. Sie sind nutzlos und wieder aus der Mode gekommen.

Obige allgemeine Ausführungen sollen nun durch die Beschreibung einzelner wirklich ausgeführter Anlagen anschaulicher gemacht werden. Zuerst sei der Freiberger Koksthurm nach Schwarzenberg, S. 384 ff., beschrieben.

Fig. 206 stellt einen senkrechten Durchschnitt und Fig. 207 einen Grundriß des Apparates im Maßstabe von $^1/_{100}$ der wirklichen Größe dar. Der Haupttheil desselben besteht aus einer thurmförmigen Bleikammer K von 8 m Höhe und 1,7 m lichter Weite, welche in ähnlicher Weise wie die großen Bleikammern von einem Balkengerüste getragen wird. Die Decke ist aber nicht an den Seitenwänden festgelöthet, sondern zum Abnehmen eingerichtet. Sie besteht aus einem Holzrahmen, welcher nach innen mit einer Bleitafel überspannt ist, an deren Rand ringsherum sich eine Rippe aufgelöthet findet. Diese legt sich beim Aufsetzen der Decke in eine Rinne ein, welche in die über den obersten Balken gebogenen Bleitafeln der Seitenwände eingetrieben ist. Durch Füllung dieser Rinne mit Sand oder Säure wird ein dichter Verschluß geschaffen. Auf dem Boden der Kammer ist eine Art Rost aus hart gebrannten Thonsteinen hergestellt. Er besteht aus parallelen Wänden, die gleichsam Canäle von etwa 50 cm Höhe bilden. Sie sind aus jenen Steinen aufgestellt und dergestalt bedeckt, daß zwischen den einzelnen Deckplatten leere Räume von etwa 6 cm Breite bleiben, durch welche die von unten kommenden Gase und die von oben kommende Säure frei passiren können. Auf dem Roste ruhen Koks, mit denen der Thurm bis dicht unter das Abzugsrohr N in solcher Weise gefüllt ist, daß unten große Stücke und weiter nach oben immer kleinere liegen. Um diese Koks leichter und sorgfältiger einbringen zu können, sind in einer Wand der Kammer drei Mannlöcher angebracht, welche mit Thüren von Holz, deren innere Fläche mit Blei überzogen ist, geschlossen und an der Fuge mit Kitt verstrichen werden. Die Gase gelangen aus der letzten Bleikammer durch das Rohr J in den Thurm, und passiren dabei den Ventilkasten L, welcher dazu dient, um sie in besonderen Fällen, z. B. bei Reparatur oder bei neuer Füllung des Thurmes, ohne Unterbrechung des Betriebes durch das Rohr M direct abführen zu können. Zu diesem Zwecke wird das Ventil b geöffnet und c

Fig. 206.

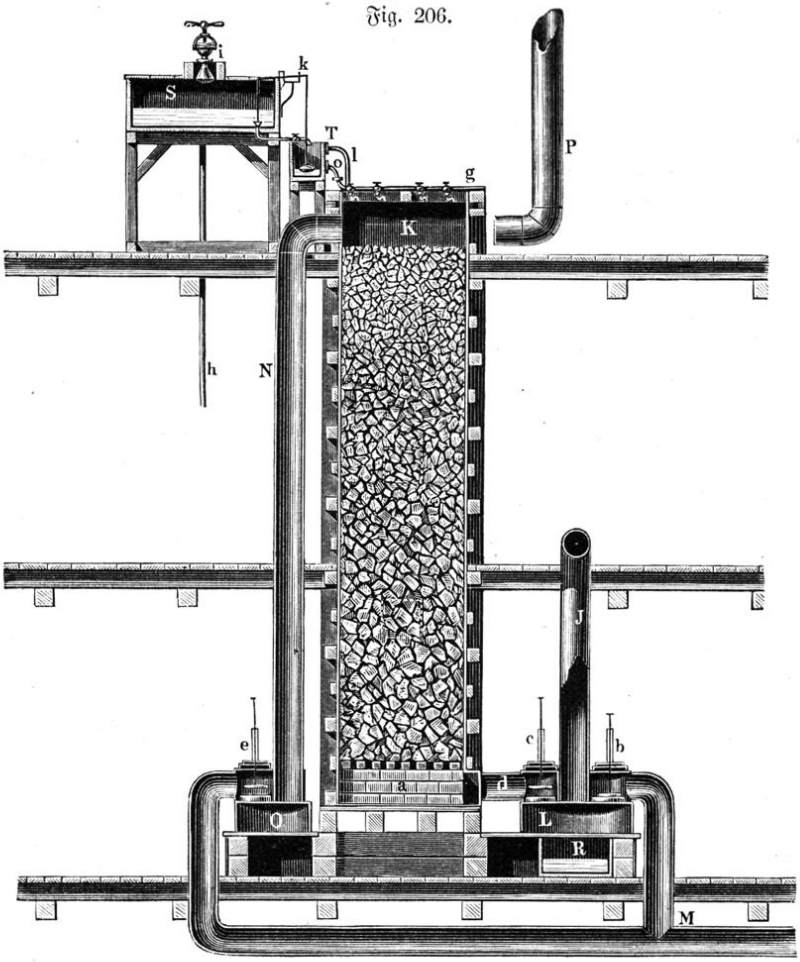
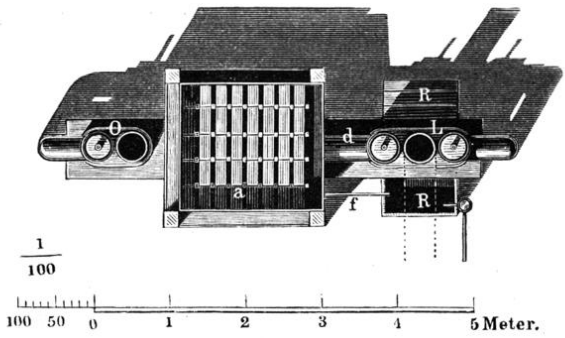


Fig. 207.



geschlossen. Wenn umgekehrt das Ventil *b* geschlossen und *c* geöffnet ist, so strömen die Gase durch das kurze Rohr *d* zunächst in einen kleinen, unten an einer Seitenwand des Thurmes ihrer ganzen Breite nach vorspringenden Raum, vertheilen sich aus demselben in die Canäle unter dem Rost und steigen dann durch die Koks im Thurme auf, während gleichzeitig Schwefelsäure von ungefähr 62° Bé. herabsickert, welche die salpetrige Säure aus den Gasen aufnimmt und als Lösung von sogenannten Bleikammerkrystallen auf dem Boden des Thurmes ankommt. Die von der salpetrigen Säure befreiten Gase ziehen durch die Rohre *N* und *M* ab. Sie passiren dabei wieder einen Ventilkasten *O*, welcher nur dazu dient, um durch Schließung des Ventiles *e* die Verbindung zwischen dem Thurme und dem Rohre *M* zu unterbrechen, wenn die aus den Bleikammern kommenden Gase nicht durch den Thurm, sondern direct durch das Rohr *M* abgeführt werden sollen.

Die nitrose Säure fließt aus dem Thurme durch ein im Grundriß Fig. 207 sichtbares Rohr *f* in ein Reservoir *R* ab, aus welchem sie in die sogenannte Kochtrommel gelangt, in der man ihre salpetrige Säure zur weiteren Benutzung austreibt, worauf wir später zurückkommen werden.

In den Freiberger Fabriken befindet sich der beschriebene Thurm ganz in der Nähe der Kochtrommel, die bei der ersten Bleikammer, in welche die Salpetersäure eingeführt wird, steht. Diese Einrichtung hat zur Folge, daß die aus der letzten Bleikammer abziehenden Gase durch eine sehr lange Röhrenleitung nach dem Thurme geführt werden müssen. Die Reibung in dieser Röhrenleitung und die weiteren durch das abwechselnde Aufsteigen und Niedergehen der Gase entstehenden Hemmungen sind wahrscheinlich die Ursachen davon, daß man es in Freiberg nöthig gefunden hat, das Abzugsrohr *M* mit einem saugenden Schornsteine in Verbindung zu setzen. Schwarzenberg glaubt (aber irrig!), daß eine solche Einrichtung verwerflich sei, und hält es für zweckmäßiger, den Apparat zur Wiedergewinnung der salpetrigen Säure in unmittelbarer Nähe der letzten Bleikammer aufzustellen, so daß die Gase aus dieser durch ein ganz kurzes Rohr in jenen geführt werden. Man läßt dann die nitrose Schwefelsäure durch eine Bleiröhre nach der Kochtrommel abfließen. Bei dieser Einrichtung ist die Ansaugung der Gase durch einen Schornstein unnöthig und sie können einfach durch ein senkrechtes Abzugsrohr, von dem man ein Stück *P* in Fig. 206 sieht, oben aus dem Thurme in die Atmosphäre abgeführt werden.

Zur Beobachtung der Farbe der Gase vor ihrem Eintritt in den Thurm und nach ihrem Austritt aus demselben sind entweder in jedem der beiden Ventilkasten *L* und *O* zwei Glasscheiben einander gegenüber eingesetzt oder ein Theil von jedem der beiden Rohre *J* und *N* besteht aus einem Cylinder von Glas. Vor dem Eintritt in den Thurm sollen die Gase röthlich gefärbt, nach dem Austritt aus demselben sollen sie farblos sein. (Sehr gut läßt sich dies bemerken, wenn man diese „Laterne“ aus einem 2 m langen Bleikasten macht, in dessen entgegengesetzte Enden Glasscheiben eingesetzt sind.)

Statt des zu Freiberg angewendeten losen Deckels und fest angelötheten Bodens ziehen die meisten Werke einen festen Deckel mit Mannloch und einen in „Schiff“-Form gestalteten Boden vor. Statt eines Rostes aus Ziegeln ver-

wenden viele ein trockenes Gewölbe (s. u.), andere einen Rost aus mit Blei überzogenen Eisenstäben, was aber seine Bedenken hat, da bei Rissen im Blei das Eisen sofort angegriffen wird.

In Freiberg stehen, wie gesagt, die Gase in Verbindung mit einem Kamin. Dies ist gar nicht zu vermeiden, wo das Gas von der letzten Kammer in einer langen Röhre ankommt, was viel Zugverlust (aber gute Kühlung und Trocknung) verursacht; noch weniger, wenn zwei Thürme hinter einander angewendet werden. Ich ziehe es aber auch dann vor, wenn man die Gase direct oben aus dem Thurme abziehen lassen könnte (S. 389), schon aus dem Grunde, weil der Betriebsführer die Ausgangslaterne weit öfter beobachten kann, wenn sie unten, als wenn sie oben auf dem Thurme ist, und weil dann auch die Regulirung des Zuges eine weit leichtere Aufgabe ist.

Vertheilung der Säure.

Der Zufluß von Schwefelsäure, welche den Gasen ihre salpetrige Säure entziehen soll, muß sich genau reguliren lassen, und die Säure von Anbeginn gleichmäßig auf die Koks vertheilt werden; anderenfalls könnte der Verbrauch von Schwefelsäure leicht zu groß werden und die Gase könnten trotzdem durch den Thurm ziehen, ohne ihre salpetrige Säure vollständig abzugeben. Es ist deshalb auf eine zweckmäßige Construction des zur Vertheilung der Schwefelsäure dienenden Apparates besondere Sorgfalt zu verwenden.

Dieser Apparat besteht bei den Freiberger Thürmen (S. 470) aus zwei aus Bleitafeln angefertigten Behältern S und T und der am Deckel g des Thurmes (Fig. 206) angebrachten eigentlichen Vertheilungseinrichtung. Dem größeren Behälter S wird die Schwefelsäure aus den unteren Fabriklocalen gewöhnlich mittelst eines Druckapparates zugeführt. Dieser besteht dort aus einem eisernen, ganz mit Blei ausgefütterten, luftdicht geschlossenen Behälter, in den vermittelst eines Gebläses Luft eingepreßt werden kann, welche dann die darin befindliche Säure durch ein vom Boden ausgehendes Steigerohr in die Höhe treibt. Einen Theil dieses Steigerohres h sieht man in Fig. 206. Es mündet in den Behälter S mit einer aus Hartblei angefertigten Brause i ein, welche feste Körper, die sich zufällig in der Säure finden, zurückhält und die oben geöffnet werden kann, um sie zu reinigen. Aus dem Behälter S gelangt die Schwefelsäure durch eine vom Boden ausgehende Bleiröhre in den kleinen Behälter T. Der Zufluß in diesen Behälter regelt sich nach dem Abfluß aus demselben automatisch mittelst eines aus Blei gefertigten Schwimmers, der an einem Arme des Balanciers k hängt und bei seinem Niedergange ein am anderen Arme desselben hängendes Kegelventil hebt, durch welches die Abflußröhre bei hohem Stand des Schwimmers geschlossen ist. Das Rohr l dient nur dazu, um bei etwa vorkommenden Störungen im Gange des Schwimmers überschüssig zufließende Säure wegzuführen und dadurch ein Ueberströmen derselben zu vermeiden.

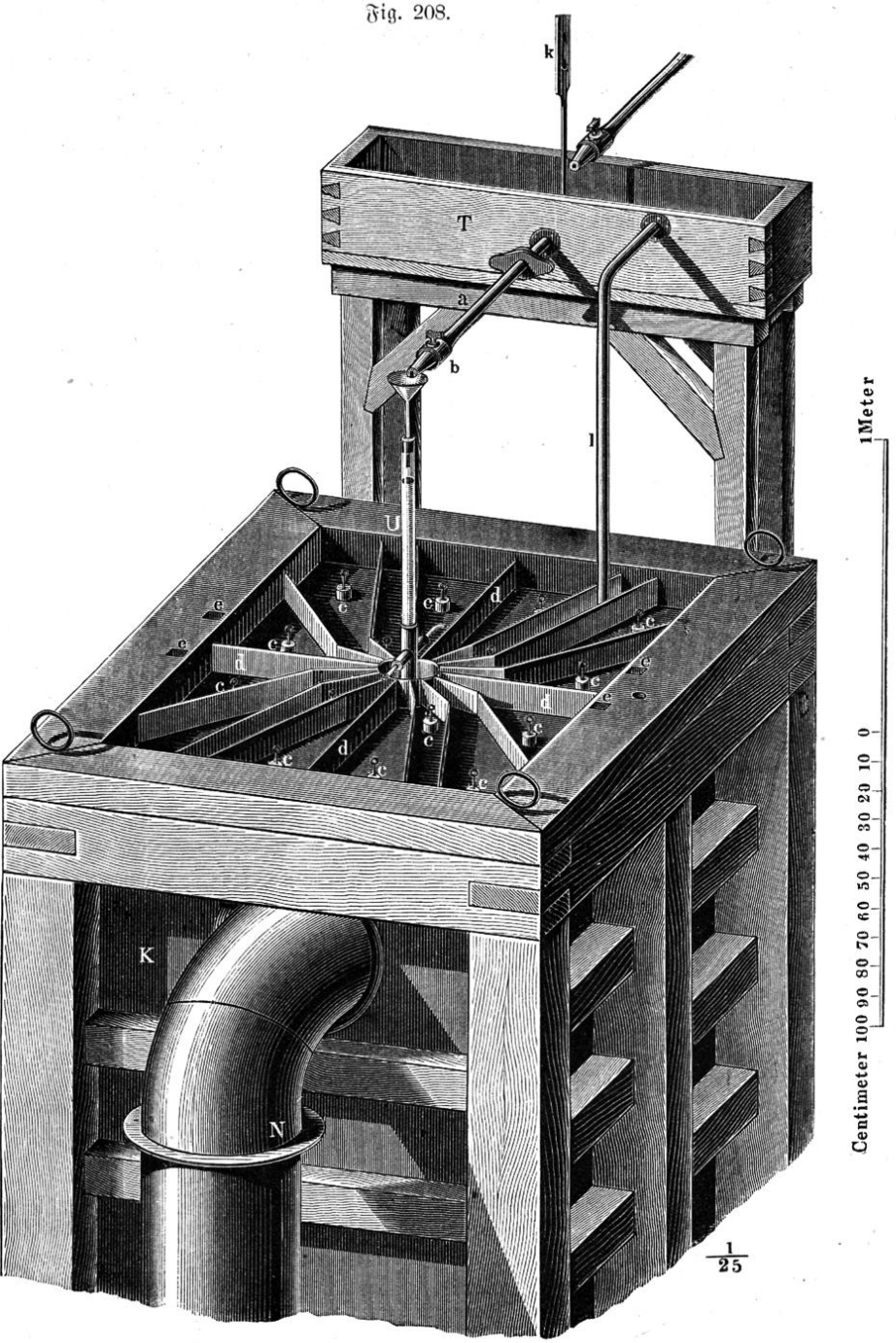
Aus dem kleineren Behälter T wird nun die Schwefelsäure auf die im Thurme K befindlichen Koks geleitet, wobei sie die Vertheilungseinrichtung passirt. Als solche gebrauchte man früher einen einfachen Schaukeltrog; die erforderliche

Menge von Säure iſt aber ſo gering, daß die Zwiſchenräume zwiſchen den einzelnen Ausſchüttungen eines ſolchen Troges zu lange dauern und daß dann zu große Mengen von Säure auf einmal ausgeſchüttet werden; auch geräth die Bewegung des Troges durch mechaniſche Urſachen leicht in Unordnung. Dieſer Apparat wird deshalb jetzt in den meiſten Fabriken nicht mehr angewendet.

Eine andere Einrichtung, die in Fig. 206 angedeutet iſt, beſteht in vier Reihen von je vier Tropfröhrchen, welche, gleichweit von einander entfernt, in den Deckel des Thurmes luftdicht eingeſetzt ſind. Dieſe Röhrchen ſind am oberen Ende mit einem Trichter verſehen und unter demſelben nach Art der Welter'ſchen Sicherheitsröhren auf- und abſteigend gebogen, ſo daß ſie durch Flüſſigkeit, welche in der Biegung bleibt, gegen die Atmoſphäre abgeſperrt ſind. Die Schwefelſäure wird den Tropfröhrchen aus dem Behälter *T* durch das Rohr *o* zugeführt, welches ſich in zwei Zweige theilt, die zwiſchen je zwei Reihen von Tropfröhrchen fortlaufen und an wechſelſtändigen Zweigröhrchen mit Hähnen dergeſtalt verſehen ſind, daß jedes Tropfröhrchen aus einem beſonderen Hahne mit Schwefelſäure geſpeiſt wird. Bei dieſer Einrichtung müſſen zur Regulirung des Zufluſſes von Schwefelſäure alle 16 Hähne geſtellt werden. Es iſt aber ſehr ſchwer, dabei eine gehörige Gleichmäßigkeit zu erreichen und überhaupt den Zufluß der ſehr kleinen Mengen, welche jeder einzelne Hahn ſpenden ſoll, ſo genau zu reguliren, daß gerade die erforderliche Menge von Säure und nicht mehr zufließt. Außerdem verſtopfen ſich die Tropfröhrchen leicht in den Biegungen. Auch dieſer Apparat iſt alſo mit bedeutenden Fehlern behaftet.

Wir kommen nun zu einer Einrichtung, welche zuerſt von J. Stroof in der Fabrik zu Auſſig in Böhmen eingeführt wurde und die ſich als ſehr zweckmäßig bewährt hat. Sie iſt beſonders deshalb zu empfehlen, weil der Zufluß der Schwefelſäure bei derſelben mit einem einzigen Hahne regulirt wird, der ſich leicht ſo genau ſtellen läßt, daß die normale Menge jener Säure nicht wegen mechaniſcher Urſachen überſchritten wird, was bei der Vertheilung auf 16 Hähne unvermeidlich iſt. Fig. 208 giebt ein Bild dieſes Apparates im Maßſtabe von $^1/_{25}$ der wirklichen Größe. In der Decke des Thurmes ſind ebenſo wie bei der oben beſchriebenen Einrichtung in gleichen Entfernungen von einander 16 Löcher *c* angebracht, durch welche die Schwefelſäure auf die im Thurme befindlichen Koks herabtropft. Jedes dieſer Löcher iſt mit einem kleinen Röhrchen von etwa 3 cm Höhe eingefaßt, und mit einer Bleikapſel bedeckt, die das Röhrchen umgiebt, und unten am Rande Ausſchnitte von etwa 2 cm Höhe hat, durch welche die Säure ungehindert paſſiren kann. Sobald die Decke des Thurmes bis zur Höhe jener Röhrchen mit Säure übergoſſen iſt, fließt letztere über den Rand der Röhrchen in das Innere des Thurmes; Gaſe können aber nicht durch die Löcher entweichen, weil dieſe von der Säure geſperrt ſind. Zur Vertheilung der Schwefelſäure dient ein kleines Segner'ſches Rad *U*, welches aus dem Behälter *T* durch das Rohr *a* und den Hahn *b*, mit dem man den Zufluß regulirt, geſpeiſt wird. Der untere Theil des Rädchens mit den beiden Armen iſt aus Blei hergeſtellt. In denſelben iſt oben die Säule, welche aus einer ſtarken Glasröhre beſteht, und unten eine andere kurze Glasröhre eingeſetzt, welche zu einer Spitze ausgezogen iſt, auf der das Rädchen in einer Pfanne von Glas oder Blei läuft.

Fig. 208.


k
T
a
b
l
U
c
d
e
K
N
1 Meter
Centimeter 100 90 80 70 60 50 40 30 20 10 0
1/25

Auch in einen der Arme ist ein Glasröhrchen eingesetzt, an welchem sich die Ausflußöffnung befindet. Die Führung ist durch zwei parallel liegende Bleistäbchen oder mit Blei überzogene Holzleisten hergestellt, welche auf Lagern ruhen, die in den Zapfenlöchern *e* des Deckenrahmens befestigt werden, und auf welche man vier Glasröhrchen dicht an die senkrecht stehende Säule des Rädchens dergestalt anlegt, daß sie ein Quadrat bilden, in welchem die Säule umläuft. Sobald diese mit Säure gefüllt wird, dreht sich das Rädchen regelmäßig um seine Axe, indem die Flüssigkeit aus dem offenen Arme gleichförmig ausfließt. Von der Menge der einfließenden Säure hängt die Höhe, bis zu welcher sich die Säule des Rädchens füllt, und die Geschwindigkeit seiner Drehung ab. Die Axe des Rädchens steht gerade im Mittelpunkte der Decke des Thurmes, auf welcher um erstere herum ein hohler Cylinder aus Blei von etwa 0,1 m Höhe angelöthet ist, der den Zutritt der Säure, welche außerhalb desselben auf die Decke gegossen wird, verhindert. Von dem Cylinder laufen in gleichen Abständen von einander 16 bleierne Radien *d* aus, welche an die Decke des Thurmes angelöthet sind. Diese setzen sich in geraden Linien bis an die Peripherie eines gedachten Kreises fort, über welche hinaus das Rädchen die Säure nicht ausgießen kann, und ändern von dort an ihre Richtung dergestalt, daß zwischen je zwei derselben eines der genannten 16 Löcher zu liegen kommt. Auf diese Weise wird also der Raum auf der Decke des Thurmes in 16 Fächer getheilt, von denen jedes eine zum Säureabfluß dienende Oeffnung enthält, und die sämmtlich vom Rädchen mit gleichviel Säure gespeist werden.

Der Speisungsapparat für Säure wird in England gewöhnlich ganz von Blei angefertigt (siehe unten beim Gloverthurm), ist aber von Glas, wie bei Schwarzenberg abgebildet, entschieden leichter beweglich. Man sehe auch später beim Gloverthurm die detaillirten Zeichnungen von Vertheilungsapparaten für Säure. Da es doch immerhin öfters vorkommt, daß das Reactionsrad stehen bleibt, namentlich bei schwachem Säurezufluß, so ist die Einrichtung von Seybel in Liesing sehr empfehlenswerth, wonach die Vorrichtung bei jedem Umgange an eine Glocke anschlägt, die man von unten hören kann.

Vollständig vermieden ist wohl das Stehenbleiben von Reactionsrädern bei der in Griesheim angewendeten Construction, wo das untere Ende des (vollständig aus Glas gefertigten) Drehkörpers in eine Kugel ausgeht, die mit dem Obertheile zusammen auf Schwefelsäure schwimmt, so daß also die Reibung an jener Stelle ganz aufgehoben ist, und auch bei etwaigem Schiefgehen in der Führung keine Störung eintritt. Dieser Apparat wird weiter unten, bei Besprechung der „centralen Regulirung“ in derselben Fabrik, abgebildet werden.

In England hat man in den letzten Jahren fast durchgängig die beweglichen Säurevertheiler (Reactionsräder) ganz aufgegeben und ist zu einem anderen Systeme übergegangen, welches denselben Dienst leistet, ohne irgend welchen Störungen ausgesetzt zu sein. Ich habe dieses System in der Zeitschr. f. angew. Chem. 1889, S. 603 wie folgt beschrieben.

Die beweglichen Speisevorrichtungen sind durch eine Ueberlaufvorrichtung ersetzt worden, welche in äußerst mannigfacher Form, aber immer nach demselben Princip construirt ist. Wir wollen sie hier in einer der besten uns vor-

gekommenen Formen zeigen, bemerken aber, daß man dieſe Vorrichtung, ſtatt als kreisförmigen Trog, auch in elliptiſcher oder oblonger Form, oder als Rinnen und dergleichen ausführen kann, ohne ihre Wirkung zu verändern.

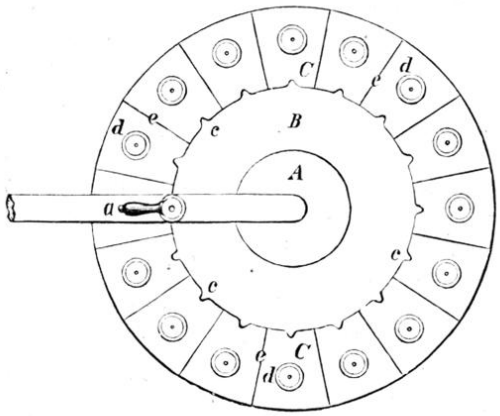
In allen Fällen finden wir ein erſtes (faſt immer cylindriſches) Gefäß, in welches die Säure, das Waſſer u. dergl. einläuft, um am Boden in ein zweites Gefäß überzutreten, das mit einer Anzahl von Ueberläufen verſehen iſt, und ſtets übervoll gehalten wird.

Jeder Ueberlauf communicirt mit einem beſonderen Rohre, ſei es durch eine kleine offene Rinne, ſei es durch eine Abtheilung in einem dritten Gefäße, mit entſprechendem Waſſerverſchluſſe. Es iſt alſo nur nöthig, darauf zu halten, daß alle Ueberläufe gleichmäßig functioniren, und da ſie alle äußerlich ſichtbar ſind, ſo iſt dieſe Bedingung leicht herzuſtellen; eine etwaige Störung wird ſofort bemerkt und iſt leicht wieder zu beſeitigen.

Man kann dies z. B. ſchon in der Art ausführen, daß man die Flüſſigkeit in eine oder mehrere Bleirinnen laufen läßt, welche an den Seiten mit ſo viel Einſchnitten verſehen ſind, als Vertheilungsröhren angewendet werden ſollen. Durch mehr oder weniger tiefes Einſchneiden regulirt man die Ueberläufe ſo, daß ſie möglichſt gleichmäßige Strahlen liefern. Dies iſt aber immerhin eine ziemlich rohe Vorrichtung; weit vorzuziehen iſt diejenige, welche in Fig. 209 bis 211 (a. f. S.) dargeſtellt iſt, wovon Fig. 209 einen Grundriß, Fig. 210 einen Querſchnitt, Fig. 211 eine perſpectiviſche Anſicht mit theilweiſe weggeſchnittenen Wänden zeigt. Aus dem Hahne *a* läuft die Flüſſigkeit in das Mittelgefäß *A*; der Deckel *b* iſt nicht unter allen Umſtänden nöthig, aber oft erwünſcht und jedenfalls loſe anzubringen, ſo daß das Innere von *A* leicht zugänglich bleibt. Natürlich kann man ſtatt eines Hahnes *a* auch deren zwei anbringen, z. B. bei dem Gloverthurme, wo man gleichzeitig mit Nitroſe und mit Kammerſäure ſpeiſt. Unten iſt *A* ausgeſchnitten, ſo daß freie Communication mit dem weiteren, aber viel niedrigeren Troge *B* ſtattfindet. Dieſer iſt ringsum mit Schnauzen *c* verſehen, welche ziemlich dicht neben einander ſtehen können. Wir zeigen hier deren 16 Stück, es können aber natürlich ganz beliebig viele vorhanden ſein. Sobald *B* einmal angefüllt iſt, müſſen alle Schnauzen gleichmäßig laufen, was durch gute Nivellirung des Apparates in erſter Linie und durch Nacharbeiten der Schnauzen in zweiter Linie ein- für allemal bewirkt wird. Das Gefäß *B* iſt concentriſch von dem weiteren Troge *C* umgeben, welcher in ebenſo viele waſſerdicht abgeſchloſſene Kammern zerfällt, als Schnauzen *c* vorhanden ſind. Jede Kammer hat im Boden ein mit hydrauliſchem Verſchluſſe abgedichtetes Rohr *d*, das in die Decke des Koksthurmes, Plattenthurmes u. dergl. führt. Im vorliegenden Falle iſt der hydrauliſche Verſchluß dadurch erreicht, daß die Rohre *d* etwas nach oben hervorragen und mit einer unten nicht dicht ſchließenden Kappe bedeckt ſind; ſelbſtredend kann man den Verſchluß auch anders machen, oder kann ganz offene Röhren anwenden und den Abſchluß an oder gerade unterhalb der Thurmdecke anbringen. Die Scheidewände *e* zwiſchen den einzelnen Kammern werden am beſten, wie hier gezeigt, derart ausgeſchnitten, daß bei Verſtopfung eines der Vertheilungsrohre *d*, wodurch natürlich die entſprechende Kammer ſich bald füllen muß, deren Inhalt nicht nach außen, ſondern in die beiden daneben befindlichen Kammern

überläuft. Die ganze Vorrichtung wird in chemischen Fabriken wohl meist aus Blei gemacht werden, und ist auch dann am leichtesten zu reguliren, da man in diesem Falle die Schnauzen *c* am leichtesten nacharbeiten kann; selbstredend ist aber auch die Construction aus Eisen, Steinzeug und dergl. nicht ausgeschlossen. Wer sie einmal gebraucht hat, wird sicher nicht mehr zu dem Reactionsrade zurückkehren.

Fig. 209.



Briegleb (Deutsch. Pat. Nr. 10386) braucht als Vertheilungsapparat einen Hartbleikegel, auf dessen Spitze ein Strahl Säure geleitet wird. Der obere Theil des Kegelmantels ist glatt, aber der untere Theil geriffelt, so daß die Säure in eine Anzahl von Strahlen zertheilt wird, welche in einem ringförmigen, die Basis des Kegels umgebenden Gefäße aufgefangen und gesondert durch Röhren abgeleitet werden. Ein solcher Apparat kann gewiß

Fig. 210.

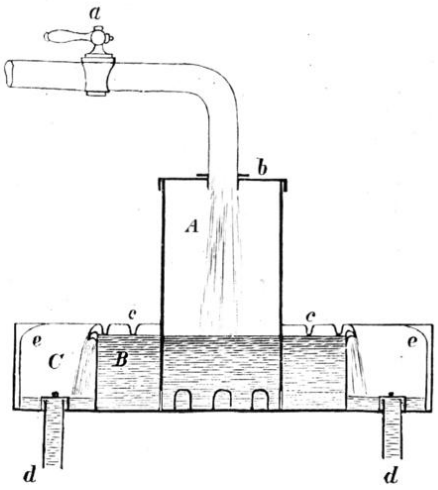
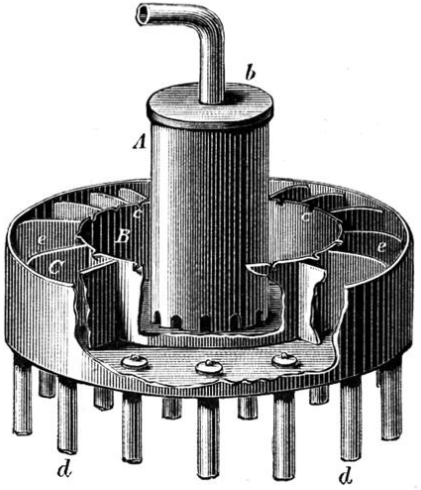


Fig. 211.



richtig functionirend gemacht werden, wird aber jedenfalls viel schwieriger immer in Ordnung erhalten werden, als der eben beschriebene Ueberlaufapparat.

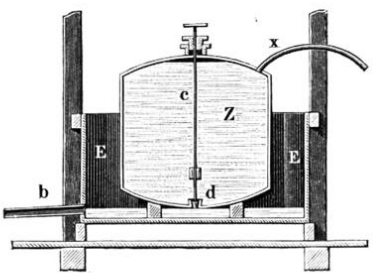
Brock und Saye (Engl. Pat. Nr. 11492, 1885) beschreiben einen ziemlich complicirten Vertheilungsapparat mit mechanisch rotirender Trommel.

Selbstverständlich arbeitet irgend welcher Thurmapparat, sei es nun ein

Gay-Luſſacthurm, ein Gloverthurm, ein Salzſäure-Condenſationsthurm oder ſonſt ein ähnlicher Apparat, um ſo wirkſamer, je gleichförmiger die Flüſſigkeit über ſeinen Querſchnitt vertheilt iſt. Ebenſo iſt es ſelbſtredend, daß Thürme von großem Horizontalquerſchnitt mehr Zuflußöffnungen als engere Thürme brauchen. Man kann die allgemeine Regel aufſtellen, daß auf 1 qm Oberfläche der Thurmdecke nicht unter zehn Vertheilungsröhren kommen ſollen; aber dies iſt nur das Minimum, welches in vielen Fabriken, und zwar jedenfalls zum Vortheil der Arbeit, überſchritten wird.

Der regelmäßige Zufluß von Säure in den Gay-Luſſacthurm iſt von größter Wichtigkeit für ſeine vortheilhafte Arbeit. Der ganze Bleikammerproceß iſt darauf angelegt, einen ſo continuirlichen und ſtetigen Gang wie möglich zu nehmen, und das große Volumen der Bleikammern dient dabei noch als ein Regulator, ähnlich dem der Gebläſemaſchinen, ſo daß die Gaſe beim Austritte aus den Kammern mit möglichſt gleichartiger Geſchwindigkeit und Zuſammenſetzung ausſtrömen oder wenigſtens ausſtrömen ſollen. Es ſoll alſo in gleichen Zeiträumen die gleiche Menge von Salpetergaſen austreten, und dieſe ſoll im Abſorptionsthurme immer wieder die gleiche Menge Schwefelſäure vorfinden, damit weder Salpetergas entweicht, noch zu ſchwache Nitroſe entſteht. Wenn aber die Säure bei gleich bleibender Hahnöffnung aus einem Behälter ausfließt, ſo wird dies anfangs, bei vollem Behälter, ſehr viel ſchneller geſchehen als ſpäter, wenn der letztere faſt leer iſt, und es würde alſo der Thurm in ſehr ungleicher Weiſe geſpeiſt werden. Die Ausflußgeſchwindigkeiten einer Flüſſigkeit nehmen im Verhältniß zur Quadratwurzel aus den Druckhöhen ab; das heißt, wenn der Behälter 1 m hoch gefüllt iſt, ſo wird die Säure doppelt ſo ſchnell fließen, als wenn ſie nur $^1/_4$ m hoch ſteht — beides Fälle, welche in der Praxis leicht vorkommen.

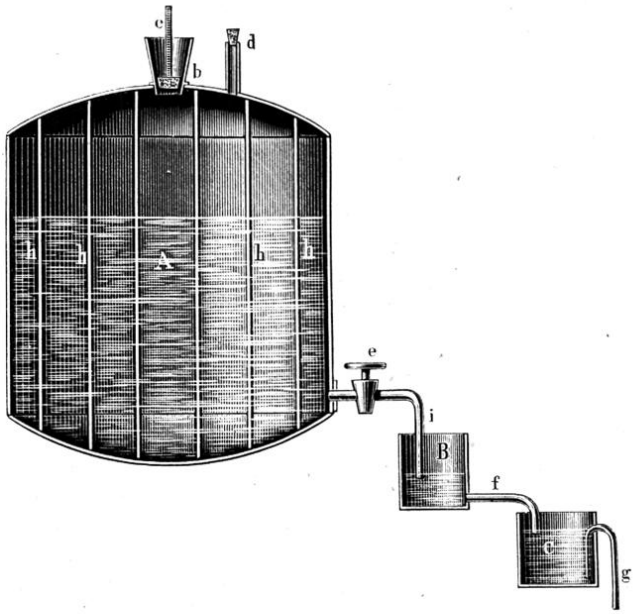
Fig. 212.



Um nun einen ganz regelmäßigen Zufluß der Abſorptionsſäure in den Thurm zu bewirken, ſind verſchiedene Vorrichtungen angewendet worden, außer der ſchon oben nach Schwarzenberg angegebenen. Dahin gehört z. B. das Mariotte'ſche Gefäß, Fig. 212 (nach Knapp's Chem. Technologie). Es iſt das nämliche, wie bei den Oellampen mit Sturzgefäß. Der Behälter Z iſt mit der Mündung nach unten in einem offenen Bleiunterſatz E ſo aufgeſtellt, daß dieſe Mündung in die daſelbſt befindliche Schwefelſäure eintaucht. Es kann daher vorerſt aus Z nichts ausfließen. Sowie aber die Säure aus E durch das Rohr b auf den Koksthurm abläuft, ſinkt der Spiegel E, die Mündung von Z wird frei, es treten einige Luftblaſen ein und Säure fließt ſo lange aus, bis der anfängliche Stand und die Sperrung der Mündung von Z wieder eingetreten iſt. Das Ventil d mit der durch die Stopfbüchſe gehenden Ventilſtange c dient zum Schließen der Oeffnung von Z, während dieſer Behälter durch das Rohr x gefüllt wird.

In einfacherer, der Oellampe nicht ſo direct nachgebildeter Geſtalt habe ich daſſelbe Princip vor einer Reihe von Jahren in engliſchen Fabriken angewendet geſehen. In Fig. 213 iſt *A* ein ziemlich großes Bleigefäß, welches durch die vom Boden zum Deckel gehenden, überbleiten Eiſenſtangen gegen das Zuſammenſinken geſchützt iſt. Man brachte dieſe Stangen namentlich deshalb an, weil die Luft in *A* unter einem geringeren als dem äußeren Drucke ſteht, und nannte deshalb auch dieſe Gefäße Vacuum-Retorten. Sie werden durch den Trichter *b* gefüllt, wobei die Luft durch *d* entweicht, und wird dann *b* durch das coniſche Ventil *c* und *d* durch einen Pfropf dicht verſchloſſen. Der Hartbleihahn *e*, welcher ganz dicht ſchließen muß, ſetzt ſich in ein Rohr *i* fort, welches in das kleine Gefäß *B* etwa

Fig. 213.



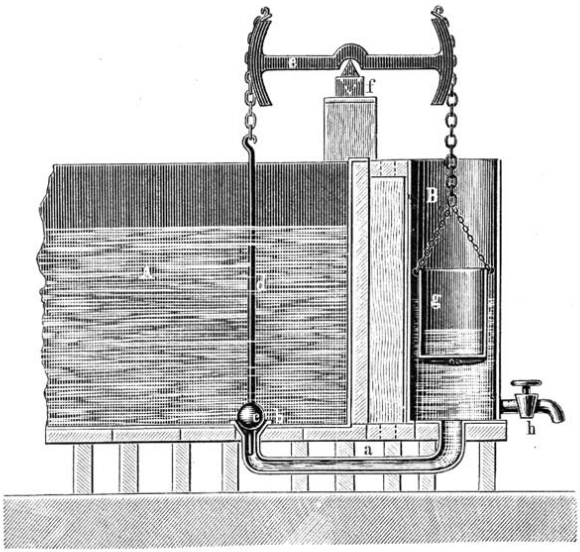
halb hineinragt. Unten iſt in *B* ein Abflußrohr *f* angebracht, deſſen Weite etwas weniger beträgt, als die Bohrung von *e*. Wenn man nun den Hahn *e* öffnet, ſo wird Säure ausfließen und Luft nach *A* zugleich zurücktreten; da aber die Säure aus *B* durch *f* nicht ſo ſchnell auslaufen kann, als ſie einläuft, ſo wird ihr Spiegel in *B* ſteigen, und ſobald er die Mündung von *i* verſchließt, wird keine Säure mehr aus *A* ausfließen können, weil keine Luft mehr hinein kann; ſowie aber aus *f* wieder ſo viel ausfließt, daß die untere Mündung von *i* frei wird, werden einige Luftblaſen nach *A* eindringen und dafür Säure ausfließen, ſo daß der Säureſtand in *B* immer faſt genau derſelbe bleiben wird, bis *A* ganz geleert iſt. Die Säure fließt alſo immer unter demjenigen Drucke aus *f* aus, welcher durch den Verticalabſtand zwiſchen der Mündung von *i* und der Anſatzſtelle von *f* bedingt wird, alſo in ganz gleichmäßigem Strahle. Sie gelangt dann

in das Gefäß *C*, und aus diesem durch den intermittirenden Heber *g* nach dem Koksthurme.

Die Vacuumretorten sind später wieder aufgegeben worden, weil ihre Wirksamkeit durchaus darauf basirt, daß keine Luft nach dem Gefäße *A* anders als durch den Hahn *e* eindringen kann; sonst muß das Gefäß *B* überfließen, und die Wirkung des Apparates als Regulator hört überhaupt auf. Es ist aber sehr schwer, die Stellen bei *b* und *d* immer vollkommen luftdicht abzuschließen, und kam öfters ein solches Ueberfließen vor. Auch konnte wegen des minderen Druckes in *A* Luft durch die kleinsten Löthfugen im Blei ꝛc. eindringen.

Besser erfüllt den Zweck der in Schwarzenberg's Beschreibung kurz angedeutete Balancierapparat, welcher jetzt etwas ausführlicher erläutert werden soll. In Fig. 214 ist *A* der große Säurebehälter auf der Höhe des Koksthurmes,

Fig. 214.



ein mit Blei ausgekleideter Holzkasten, welcher nur von Zeit zu Zeit gefüllt wird. Daneben steht ein ebenso hoher, 30 cm weiter Cylinder von Blei, *B*; beide communiciren ganz unten durch das Bleirohr *a*. Nach dem Behälter *A* zu läuft *a* in einen Hartbleiventilsitz *b* aus, welcher conisch ausgebohrt ist. Darin spielt ein kugelförmiges Ventil *c*, ebenfalls von Hartblei, welches sich nach unten in eine kleine Führungsstange, nach oben in eine überbleite Eisenstange *d* fortsetzt, die aus *A* herausragt. Sie ist durch eine kurze Kette an einem Arm des eisernen Balanciers *e* aufgehängt. Dieser letztere schwingt mit seinem Centrum auf einer stählernen Schneide *f* und trägt an seinem anderen, gerade über *B* befindlichen Arme ebenfalls eine Kette, an der ein Bleieimer *g* in den Cylinder *B* hineinhängt. Der Eimer *g* wird so weit mit Säure gefüllt, daß er bis zu einer gewissen Tiefe in die in *B* befindliche Säure einsinkt, und da man durch

Zufügen oder Wegnehmen von Säure aus g dieſe Tiefe, und damit den Stand der Säure in B ſelbſt noch nachträglich beliebig reguliren kann, ſo verdient der Eimer als Schwimmer den Vorzug vor dem von Schwarzenberg abgebildeten geſchloſſenen Bleiſchwimmer. Der Eimer g wird nun ſo belaſtet und ſeine Kette ſo lang gemacht, daß bei einem beſtimmten Stande der Säure in B das Ventil c die Oeffnung b verſchließen muß. Das Ventil c mit der Stange d und ſeiner Kette iſt nämlich faſt ebenſo ſchwer, als der Schwimmer g mit ſeiner Kette, und verſchließt ſo lange die Oeffnung b, als ein Theil des Gewichtes von g noch durch den Auftrieb der Säure in B entlaſtet wird. Wenn aber der Hahn h zu laufen anfängt und der Schwimmer ſinkt, ſo wird vermittelſt des Balanciers e die Stange d gehoben und die Kugel c läßt die Oeffnung b frei; es fließt wieder Säure durch a nach B hinüber, hebt den Schwimmer g, c ſinkt in ſeine Stellung zurück und verſchließt b wieder. So wird in kleinen Oſcillationen von e immer ganz dieſelbe Menge von Säure in derſelben Zeiteinheit aus B ausfließen, da dies nur von dem Gewichte von g und der Länge ſeiner Kette abhängt, dagegen unabhängig von der Höhe des Säureſtandes in A iſt. Die Enden des Balanciers e ſind als Bogenſegmente geſtaltet, um ihre kreisförmige Bewegung mittelſt der Ketten in eine geradlinige für die Stange d und den Eimer g zu übertragen.

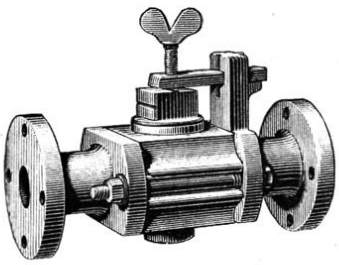
So wie der Apparat früher in den Büchern abgebildet worden und auch in vielen Fabriken ausgeführt worden iſt, arbeitet er nicht gut, und iſt ſogar an vielen Orten, wo er beſtand, wieder abgeſchafft worden. Erſtens findet man den Balancier immer mit einem hohlen Centrum auf einem Stift ſchwingend abgebildet; dabei iſt aber die Reibung ſo groß, und wird durch Roſten des Eiſens bald ſo viel größer, daß er nicht mehr oſcilliren will und ſtecken bleibt. Dies kann nicht geſchehen, wenn man eine obiger Zeichnung gleiche oder entſprechende Stahlſchneide anbringt, ähnlich wie bei feinen Wagen; wenn ſie vernickelt iſt, hält ſie ſich eher roſtfrei. Vor Allem aber darf das Ventil c in dieſem Falle nicht ein abgeſtutzter Kegel ſein, wie er in den Büchern abgebildet iſt. Die Führung durch die Bogenarme des Balanciers iſt doch nicht ſo abſolut lothrecht, daß ſich ein Ventilconus nicht in ſeinem Sitz beim Auf- oder Niedergange durch Schiefſtellung feſtklemmen könnte, und dann arbeitet eben der Apparat wieder nicht. Wenn dagegen das Ventil kugelförmig iſt, ſo ſchadet ein ſchiefes Auffallen deſſelben überhaupt gar nichts, da es doch immer ſchließt, und von Feſtklemmen iſt gar nicht die Rede. Während diejenigen Fabrikanten, welche die eben erwähnte unvollkommene Einrichtung eines Ventilconus hatten, durch das fortwährende Verſagen deſſelben meiſt zu ihrer Beſeitigung veranlaßt worden ſind, arbeitet die oben beſchriebene eines Kugelventils mit größter Leichtigkeit und Regelmäßigkeit, und kann ſehr empfohlen werden. Zur Zeit haben manche der größten Fabriken auf eine automatiſche Regulirung dieſer Art, nur aus Unkenntniß der richtigen Conſtruction, ganz verzichtet, und überlaſſen es den Arbeitern, den Ablaßhahn des Säurebehälters je nach deſſen Füllung zu ſtellen — ein ſehr rohes Verfahren, zu deſſen Beibehaltung nach Obengeſagtem gar kein Grund vorliegt.

(Es iſt ſchon öfters von „überbleiten“ Eiſenſtangen die Rede geweſen, und ſoll hier ein- für allemal geſagt werden, daß man dazu am beſten die Eiſenſtange

in ein genau passendes, gezogenes, gepreßtes Bleirohr steckt und beide Enden zulöthet.)

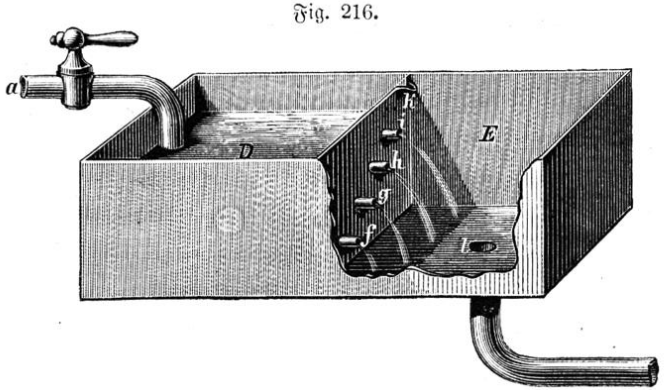
Bei dieser Gelegenheit sei auf die im Jahre 1892 von Ernst March Söhne in Charlottenburg eingeführten Säurehähne hingewiesen, die eine von der gewöhnlichen ganz abweichende Construction haben. Der mittlere Theil besteht aus Steinzeug und ist mit den beiden metallenen (Hartblei-) Ansätzen durch Schraubbolzen verbunden. Die Hahnlilie wird durch eine oben wirkende Schraube von Metall fest in den Sitz eingepreßt, so daß ein Lecken verhütet wird, während man doch bei Festklemmen des Hahnes durch Lockern der oberen Schraube nachhelfen kann. Diese Hähne, welche in Fig. 215 abgebildet sind, sollen die Vorzüge der Metall- und Thonhähne vereinigen.

Fig. 215.



In England benutzen verschiedene große Fabriken den in Fig. 216 gezeigten Apparat zur Controle darüber, mit welcher Menge von Flüssigkeit die Thürme gespeist werden. Die Vorrichtung wird zwischen den Hahn *a* (Fig. 211, S. 477) und das Mittelgefäß *A* eingeschaltet. Die Flüssigkeit läuft aus *a* in einen durch eine Zwischenwand getheilten Bleikasten. Die Abtheilung *D* steht mit *E* durch vier in verschiedenen Höhen angebrachte Röhren *f g h i* und die Ueberlauf-

Fig. 216.



schnauze *k* in Verbindung; am Boden von *E* ist das weite Ablaufrohr *l*. Je nachdem der Hahn *a* mehr oder weniger weit geöffnet ist, wird der Kasten *D* sich mehr oder weniger füllen und die Flüssigkeit bei stärkster Speisung aus allen Röhren und der Schnauze *k*, bei schwächerer aus immer weniger der Röhren nach *E* überlaufen. Wenn man also den Arbeiter z. B. instruirt, er solle mit drei Röhren arbeiten, so wird nur *f*, *g* und *h* laufen dürfen und eine fast constante Druckhöhe bis *h* gewahrt bleiben u. s. f. Selbstredend ist dies weit genauer als die Stellung des Hahnes *a* nach bloßem Gefühl und functionirt auch unabhängig von dem Flüssigkeitsstande in dem großen Behälter, der durch *a* entleert wird.

Dieſe einfache Vorrichtung wird ſehr gelobt und ſcheint dem Bedürfniſſe genügend zu entſprechen.

Sehr vollkommen iſt die ganz centraliſirte Art der Säurevertheilung in der Fabrik Griesheim. Die 60grädige Säure wird dort zunächſt zur Speiſung eines großen Nachthurmes von 9 × 3 m Grundfläche verwendet, in dem ſie in 480 Strahlen zertheilt wird (S. 466). Dieſe Strahlen münden in kleine S-förmige, an der Thurmdecke angegoſſene hydrauliſche Verſchlüſſe aus. Der Zugwiderſtand in dieſem Thurme beträgt etwa 2 bis 3 mm. Die hier entſtehende ſchwache Nitroſe wird wieder in die Höhe gepumpt und es werden damit ſieben gewöhnliche Gay-Luſſacthürme für ebenſo viel Kammerſyſteme geſpeiſt. Da nun natürlich nicht immer ganz dieſelbe Menge Säure für jeden dieſer ſieben Thürme erfordert wird, ſo geſchieht die Vertheilung auf die Einzelthürme mittelſt eines ſiebenfächerigen Reactionsrades mit verſtellbarer Fächerbreite. Auf den die Fächer trennenden Zwiſchenwänden liegen nämlich verſchiebbare, ſchwach geneigte Bleirinnen von der Breite des Faches ſelbſt. Dadurch, daß man dieſe

Fig. 217.

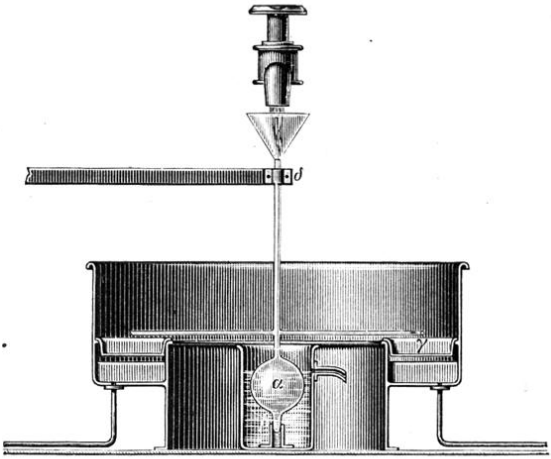


Fig. 218.

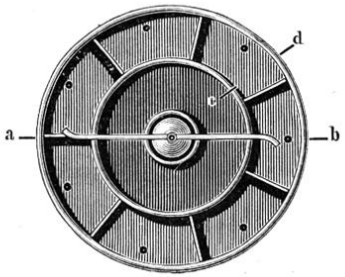
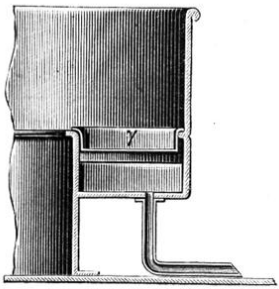


Fig. 219.



Rinnen mehr oder weniger hin und her ſchiebt, bewirkt man, daß das Reactionsrad bei ſeinem Kreiſen jedes der ſieben Fächer mehr oder weniger lange bedient, kann alſo die für jedes beſtimmte Säuremenge danach abändern. Natürlich führt von jedem der ſieben Fächer ein Rohr zu einem anderen, auf dem betreffenden Gay-Luſſacthurme ſelbſt angebrachten Säurevertheiler von gewöhnlicher Conſtruction. (Ganz in derſelben Weiſe wird die aus den Gay-Luſſac's kommende ſtarke Nitroſe,

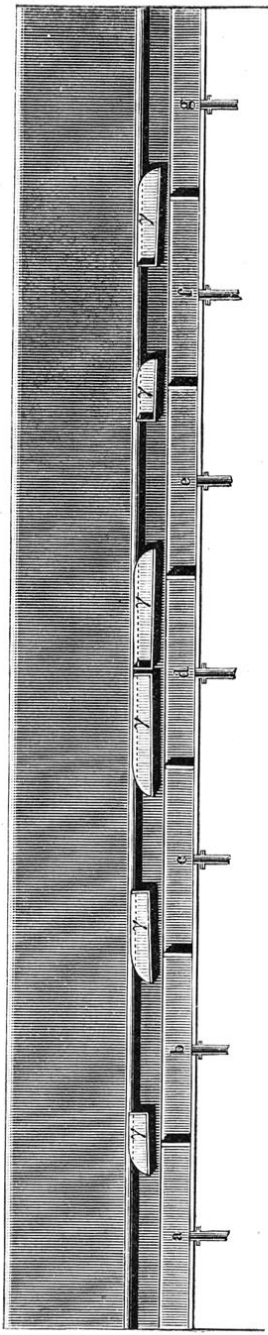


Fig. 220.

gemischt mit neuer Salpetersäure, Abfallsäure und so weiter, durch ein siebenfächeriges, verstellbares Reactionsrad nach Bedarf den sieben Gloverthürmen der einzelnen Kammersysteme zugeführt, die weit von der Centrale abliegen.)

Die (durch freundliche Mittheilung von Herrn Director Stroof erhaltenen) Figuren 217 bis 220 erläutern das Gesagte noch besser. Fig. 217 zeigt das Reactionsrad, das durch die hohle Glaskugel α getragen wird, die in einem mit Säure gefüllten Gefäße schwimmt (vergl. S. 476). Der Zapfen β und ein auf dem Boden des kleinen Gefäßes befestigtes Rohrstück bilden die untere, eine dicht unter dem Trichter angebrachte Schelle δ die obere Führung. Die Schenkel des Wasserrades geben die Säure an eine concentrische Rinne ab, welche hier z. B. in sieben gleiche Abtheilungen a, b, c, d, e, f, g (Fig. 218), jede mit einem Ablaufrohre versehen, getheilt ist. Wenn weiter nichts vorhanden wäre, so würde natürlich jede der Abtheilungen die gleiche Menge Säure erhalten. Um es aber nun zu ermöglichen, den sieben Abtheilungen, entsprechend dem Bedürfnisse der sieben Thürme, verschiedene Mengen von Säure zuzuführen, sind die (in Fig. 219 in größerem Maßstabe abgebildeten) Einhängerinnen γ angebracht; durch Hin- und Herschieben derselben kann jede beliebige Aenderung in der Vertheilung der Säure vorgenommen werden. Als Beispiel ist hier in Fig. 220 ein abgewickelter concentrischer Schnitt durch die sieben Abtheilungen gegeben, der zeigt, wie durch Stellen der Rinnen γ die sechs Abtheilungen a, b, c, e, f, g die Säure nach dem Verhältniß 7, 7, 7, 8, 5, 8 erhalten, während d nichts bekommt, weil das betreffende System nicht arbeitet.

Apparate zur Säurehebung.

Es ist wohl nur selten möglich, den Säurebehälter oben auf dem Absorptionsthurme direct durch Fall mit concentrirter Säure zu speisen; ganz unmöglich ist dies immer, wo man die Concentration im Gloverthurme vornimmt. Man

braucht alſo einen Apparat, um die Säure auf die Höhe des Abſorptionsthurmes zu heben; derſelbe Apparat wird dann auch angewendet, um die Nitroſe und reſpective die Kammerſäure auf die Höhe des Denitrirungsapparates zu heben. Gewöhnliche Druckpumpen ſind hierzu nicht anwendbar, weil ſich ſolche nicht ohne die Anwendung von Metallen machen laſſen, welche von den Säuren angegriffen werden, wenigſtens nicht für ſolche Quantitäten, als die, um welche es ſich hier handelt. Zum Glück hat man zwei Metalle, welche der Schwefelſäure gut widerſtehen, nämlich das Gußeiſen und das Blei, und mit Hilfe dieſer kann man einen Apparat conſtruiren, in dem die Druckpumpe nur indirect wirkt, nämlich durch Compreſſion einer Luftſäule, welche dann in den eigentlichen Hebeapparat eintritt und die Säure auf beliebige Höhen drückt. Ein ähnliches Princip wird ſchon längſt in den Zuckerfabriken angewendet, wo man ebenfalls einen Grund hat, um das directe Pumpen zu vermeiden, nämlich den, daß ſolche Pumpen nicht ganz rein zu halten ſind und durch entſtehende Säure die Zuckerſäfte verderben würden. Man hebt daher die Säfte dadurch, daß man ſie in einen kleinen ſtehenden Dampfkeſſel treten läßt, von deſſen Boden aus ein Steigrohr abgeht, und daß man darauf oben Dampf einſtrömen läßt, deſſen Druck dann die Flüſſigkeit in dem Steigrohr in die Höhe treibt, bis der Montejus, wie man den Apparat nennt, vollſtändig geleert iſt. Da die zu hebenden Säfte meiſt ſiedend heiß ſind, ſo werden ſie nicht gar zu ſehr durch condenſirten Dampf verdünnt. Genau in derſelben Weiſe ließe ſich nun in der Schwefelſäurefabrikation nicht verfahren; denn die ſtarke Säure würde den einſtrömenden Dampf ſofort condenſiren, und ſomit nicht nur keinen Druck von demſelben erfahren, ſondern ſogar Saugkraft auf ihn ausüben und zugleich ganz verdünnt und heiß, alſo für Abſorption der Salpetergaſe unbrauchbar werden. Man ſoll zwar den Dampf in der Art verwenden können (nach Kerl-Stohmann's Chem., 3. Aufl., 6, 239), daß man mit dem Druckkeſſel noch einen anderen in Verbindung bringt, und geſpannten Dampf in den letzteren eintreten läßt, wo er die Luft darin plötzlich ausdehnt und dieſe dann auf das Niveau der Säure in dem erſten Keſſel drückt und ſie in dem Steigrohre hebt. Wenn eine ſolche Einrichtung wirklich in der Praxis ausgeführt worden ſein ſollte, ſo iſt ſie jedenfalls ſehr unzweckmäßig; es wird mehr Dampf dabei gebraucht werden, als man zum Betriebe einer Luftpumpe gebraucht und ein Theil des Dampfes wird ganz ſicher hinüber nach dem Druckkeſſel gelangen und dort condenſirt werden.

Es wird alſo allgemein in der Art gearbeitet (nach Richardſon und Watt's Chemical Technology, vol. I, part V, p. 217 wäre dieſes Verfahren zuerſt um 1838 von Harriſon Blair eingeführt worden), daß man durch eine kleine Gebläſemaſchine (Luftpumpe) comprimirte Luft in dem Druckkeſſel auf die Oberfläche der Säure wirken läßt, völlig analog, wie der Chemiker in ſeiner Spritzflaſche durch Einblaſen von Luft die Flüſſigkeit durch das Steigerohr in die Höhe treibt. Man iſt dabei an keine beſtimmte Höhe gebunden, wenn man nur die Apparate ſtark genug macht, um dem Drucke zu widerſtehen, und wenn die Luftpumpe die nöthige Kraft beſitzt.

Die Luftpumpen werden größtentheils ſo conſtruirt, daß der Dampfcylinder und der Luftcylinder beide auf einer gemeinſchaftlichen horizontalen Grundplatte

befeſtigt, reſp. an dieſe angegoſſen ſind, und durch eine gemeinſchaftliche Kolbenſtange mit einem Kolben an jedem Ende betrieben werden. Ein zwiſchen Gleitbacken gehendes Querhaupt giebt die Führung und ein ziemlich ſchweres Schwungrad ſorgt für gleichmäßige Bewegung. Die Dimenſionen der Pumpe werden je nach der Größe der Fabrik gewählt; für ein Kammerſyſtem von circa 4000 bis 6000 cbm genügt ein Dampfcylinder von 0,204 m, ein Luftcylinder von 0,305 m Durchmeſſer und ein Hub von 0,457 m, mit 40 bis 60 Touren pro Minute, um ſämmtliche concentrirte Säure, Nitroſe und Kammerſäure zu heben. Das Luftdruckrohr iſt dabei 0,030 bis 0,037 m weit. Auf die Conſtruction der Ventile dieſer Pumpe iſt viel Sorgfalt zu verwenden; wenn ſie zu heftig ſchlagen,

Fig. 221.

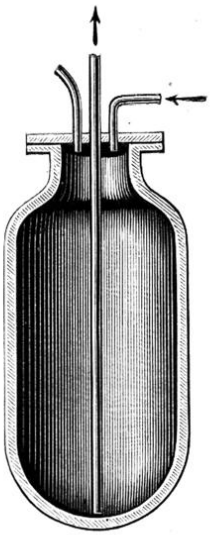
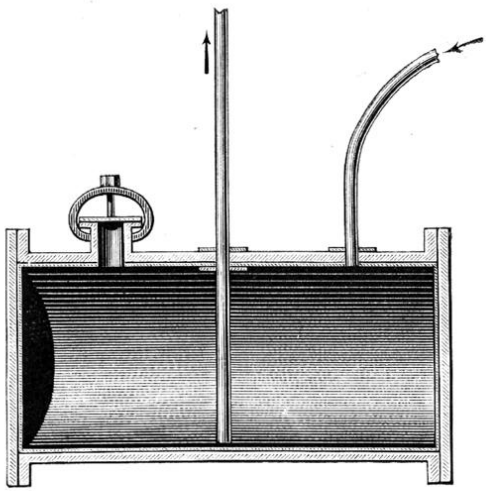


Fig. 222.



dauern ſie nur ſehr kurze Zeit; man muß aber ohnehin immer ein paar zum Auswechſeln haben.

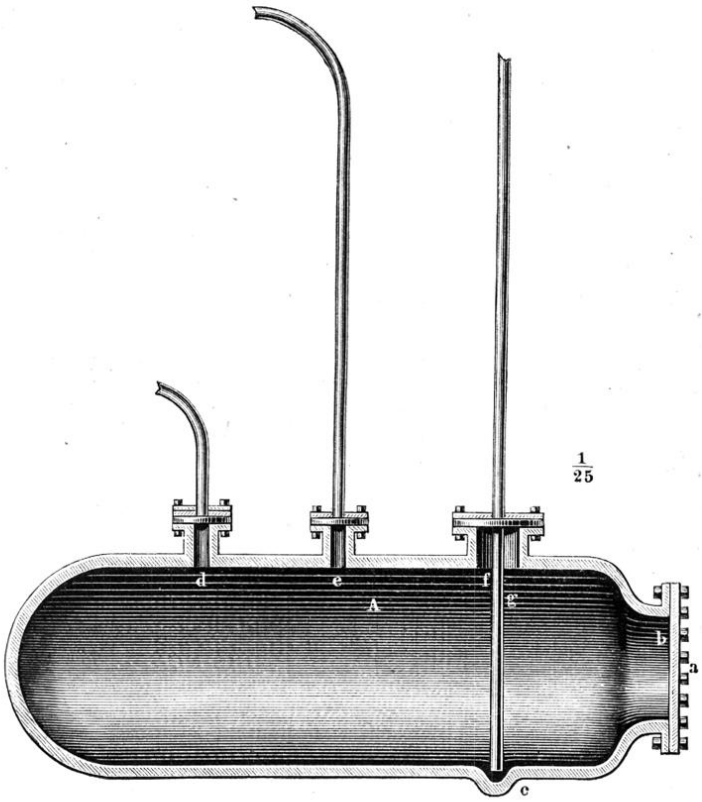
Der Verfaſſer dieſes ließ übrigens den Retourdampf ſeiner mit Hochdruck betriebenen Gebläſemaſchine in das Dampfrohr für die Kammern einmünden, deren eigener Dampfkeſſel nur mit $^2/_3$ Atmoſphären Spannung arbeitete, und hatte ſo den Dampf zur Hebung der Säure faſt ganz umſonſt, da dann nur der Druckunterſchied des Dampfes vor und hinter dem Cylinder als Kohlen conſumirend in Betracht kommt [1]).

Man läßt das Druckluftrohr, welches von ſehr ſtarkem Bleirohr angefertigt ſein muß, nicht direct von der Luftpumpe nach dem Druckkeſſel gehen, weil es dabei gar nicht zu vermeiden iſt, daß Säure in den Luftcylinder zurückſpritzt und

[1]) Dieſer Abſatz findet ſich wörtlich in der erſten Auflage dieſes Werkes, I, 370, aus dem Jahre 1879; trotzdem iſt, jedenfalls in Folge eines Ueberſehens, die darin beſchriebene Einrichtung Gegenſtand eines engliſchen Patentes von Sprengel, Nr. 10798, 1886, geworden.

die Ventile oder den Cylinder ſelbſt bald ruinirt. Man führt vielmehr das Luftrohr erſt wenigſtens 3, beſſer 4 m in die Höhe, und dann ebenſo tief hinunter, ehe es in den Druckkeſſel mündet. Nahe am Pumpenſtiefel iſt ein kurzes Zweigrohr mit Hahn angelöthet, aus welchem bei Beendigung des Pumpens die Luft ausgelaſſen wird. Zuweilen findet man daran auch ein Manometer angebracht; dieſes nützt aber nicht viel, denn einmal wird es durch die gewaltſamen Oſcillationen bei jedem Kolbenſtoße bald ruinirt, und zweitens kann der Arbeiter viel bequemer als durch Anblick des Manometers ſchon an dem Geräuſche der arbeiten-

Fig. 223.



den Pumpe und an dem Schlagen der Ventile wahrnehmen, ob ſie leicht oder ſchwer, das heißt mit viel oder wenig Druck arbeitet.

Der Druckkeſſel ſelbſt findet ſich in verſchiedenen Formen ausgeführt, am früheſten und auch jetzt noch häufig nach Art einer (engliſchen) Sodawaſſerflaſche, wie in Fig. 221 (a. v. S.), als ſtehender, birnförmiger Cylinder, dann ſpäter als liegender Cylinder, Fig. 222 (a. v. S.), mit zwei aufgeſchraubten Deckeln; aber neuerdings in England gewöhnlich, wie es Fig. 223 zeigt, als liegender Cylinder mit einem halbkugelig geſchloſſenen, und einem halsförmig zuſammen-

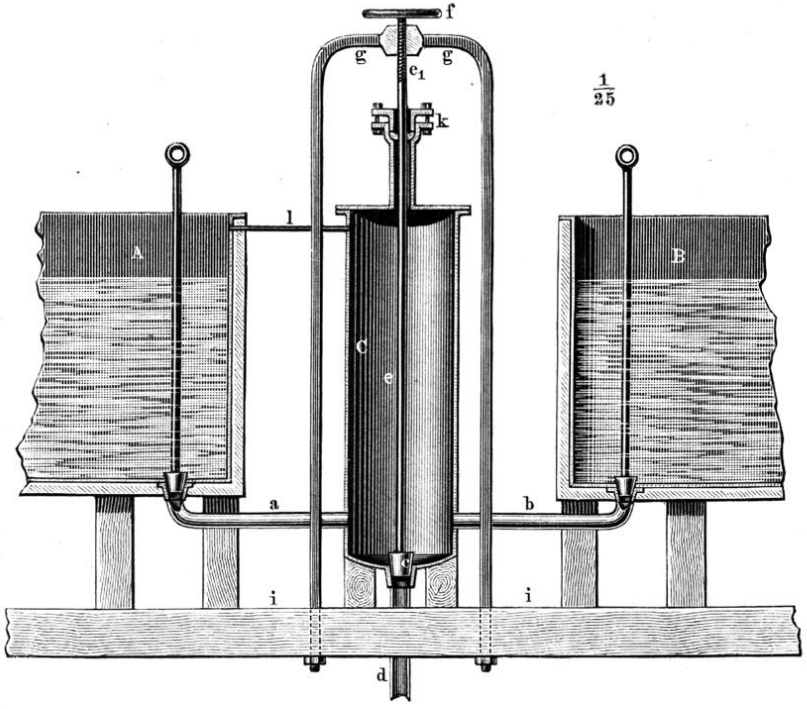
gezogenen und durch Mannlochdeckel verschlossenen Ende. Die Form Fig. 222 ist gewöhnlich mit Blei ausgekleidet, während bei Fig. 221 und Fig. 222 dies nicht der Fall ist. Man ist in England vollkommen davon abgekommen, das Gußeisen des Kessels durch Blei schützen zu wollen; selbst die Nitrose und die Kammersäure greifen das Gußeisen so wenig an, daß man einen solchen Schutz nicht braucht. In der Fabrik des Verfassers wurde ein gußeiserner Druckkessel nach fünfjährigem intensivem Gebrauch für alle drei Arten Säure noch völlig in gutem und brauchbarem Zustande gefunden. Das Ausfüttern mit Blei hat den Nachtheil, daß, sobald Luft durch den kleinsten Ritz zwischen das Blei und den Gußeisenmantel eindringen kann, sich große Beulen in dem Blei bilden, und der Schutz desselben ganz illusorisch wird, während das Lumen des Kessels sich verengt.

Die liegende Form hat vor der stehenden den Vorzug, daß man keinen Brunnen braucht, um den Kessel darin zu versenken, sondern daß derselbe auf dem Erdboden liegen kann und überall frei zugänglich ist, ferner daß, wenn der Druck zu stark wird, der schwächste Theil, das Mannloch, an der Seite liegt, wodurch beim Herausspritzen der Säure nicht so großer Schaden für Menschen und Maschinerie angerichtet wird, als bei senkrechtem Ausspritzen, besonders wenn man den Cylinder gleich so legt, daß das Mannloch von der Maschinerie abgewendet ist.

In Fig. 223 bedeutet *A* den Druckkessel, dessen Wände 0,050 m stark sind. *b* ist der Hals mit dem durch Schrauben angesetzten Mannlochdeckel *a*; ein dicker Gummiring bewirkt die Dichtung. *c* ist eine angegossene Ausbuchtung an der Unterseite von *A*, in welche das Steigrohr *g* hineinragt, um den Inhalt aus *A* so gut wie vollständig austreiben zu können. *d e f* sind drei Stutzen, von denen *d* zur Einführung der Säure, *e* zu der des Luftrohres und *f*, der weiteste, zu der des Steigrohres dient. Die Röhren haben sämmtlich starke angelöthete Bleiflanschen, welche auf dem Flansch der Stutzen *d e f* aufliegen, und indem lose Eisenringe oben darauf gelegt und alle drei durch Schraubenbolzen zusammengezogen werden, wird die Dichtung eine vollkommene. Der Füllstutzen *d* kann auch offen gelassen und nach jeder Füllung durch eine kleine aufgeschraubte Scheibe verschlossen werden; meist findet sich jedoch ein Einlaßventil für die Säure von der Gestalt, wie sie Fig. 224 (a. f. S.) zeigt. (Eine davon etwas verschiedene Form ist vom Verfasser dieses in seiner ersten Veröffentlichung über den Gloverthurm, Dingl. polyt. Journ. **201**, 350, beschrieben und abgebildet worden; die einfachen Stöpsel mit Hebelstangen, wie sie sonst in den Büchern, sämmtlich nach Muspratt, abgebildet sind, können keinen großen Druck aushalten.) *A* und *B* sind Säurebehälter, welche nicht gerade so dicht bei dem Druckventile *c* aufgestellt zu sein brauchen, als es die Figur angiebt. *C* ist ein Cylinder von starkem Blei, etwa 25 cm weit, dessen Mündung so hoch wie die Oberseite der Säurebehälter ist, welcher aber tiefer als diese ist, so daß sie durch die von ihrem Boden abgehenden Röhren *a* und *b* mit dem Cylinder *C* in Verbindung gesetzt werden können. *a* und *b* laufen im Boden der Säurebehälter in Hartbleiventilsitze aus, und sind für gewöhnlich durch conische Ventile mit langem überbleitem Handgriffe geschlossen; ein Druck wird auf diese von unten nicht ausgeübt; sie brauchen also nicht mit besonderen Hilfsmitteln dagegen versehen zu sein. Wenn man den Inhalt

eines der beiden, oder auch eines dritten, in der Zeichnung nicht sichtbaren, aber ebenso mit C communicirenden Säurekasten nach dem Druckkessel gelangen lassen will, so lüftet man den betreffenden Stopfen im Boden, während auch das Bodenventil c in C offen ist. Das letztere, welches sehr gut in seinen Hartbleisitz eingeschliffen sein muß, communicirt durch das Rohr d mit dem betreffenden Füllstutzen des Druckkessels (Fig. 223). Nach oben setzt es sich in die überbleite Eisenstange e fort, welche oben in ein Schraubengewinde e_1 ausläuft und mit dem Handrade f gedreht werden kann. Ein sehr starker eiserner Bügel $g\,g$ mit einem entsprechenden Muttergewinde für die Schraube e_1 ist in dem Bodengebälk $i\,i$ festgebolzt;

Fig. 224.



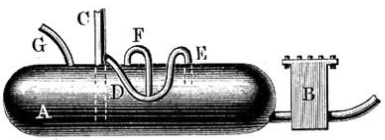
sowohl das Holz als die Eisenstangen müssen sehr stark sein, weil man beim Ein- und Ausschrauben des Ventils großen Zug ausüben muß. Da der Cylinder C ebenso hoch als A und B ist, so kann er nie überlaufen, und wenn die Säure in ihm ebenso hoch steht, als in dem betreffenden Säurekasten, so schraubt man das Ventil c mittelst des Handrades fest nieder, setzt auch den betreffenden Stöpsel in dem Reservoir selbst ein und läßt nun die Luftpumpe gehen. Dabei wird der volle Druck der (häufig 30 m zu hebenden) Säure auf dem Ventil c von unten lasten, und wenn dasselbe nicht ganz dicht niedergeschraubt ist, wird Säure mit Vehemenz herausspritzen. Obwohl bei einiger Vorsicht des Arbeiters dies nie vorkommen sollte, so haben doch verschiedene Unglücksfälle durch Bespritzen

mit Säure dahin geführt, daß man den Cylinder *C* mit einem Deckel und einer Stopfbüchse *k* verſieht, durch welche die Stange *e* durchgeht; das Spritzen kann dann nichts ſchaden, da die Säure nicht heraus kann. Zugleich dient die Stopfbüchſe als Führung für die Ventilſtange, welche man ſonſt auf anderem Wege erreichen muß. Zuweilen (nicht immer) findet man auch ein kleines Verbindungsrohr *l* zum Abführen des etwa Ueberſpritzenden in einen der drei Säurebehälter. Man kann auf dieſe Weiſe nach einander aus den drei Säurebehältern ſtarke Säure, Nitroſe und Kammerſäure vermittelſt deſſelben Druckkeſſels pumpen.

In der Chemiſchen Fabrik Rhenania iſt die Stange *e* des Einlaßventils *c* (Fig. 224) mit dem auf dem Druckkeſſel angebrachten Lufthahne in der Art gekuppelt, daß, wenn der Keſſel gefüllt iſt, der Wärter den Lufthahn nicht irrthümlich zuerſt ſchließen kann, ſondern das Ventil *c* niederſchrauben muß, ehe er den Lufthahn ſchließen und die Verbindung mit der Luftpumpe herſtellen kann.

Eine automatiſch wirkende Vorrichtung zur Füllung der Druckkeſſel, welche von Harriſon Blair conſtruirt iſt und nach Mactear (Journ. of the Society of Arts 1878, p. 558) ſehr gut arbeiten ſoll, iſt im Folgenden nach Richardſon und Watt's Chemical Technology, vol. I, part V, p. 217 wiedergegeben. In Fig. 225 iſt *A* ein Cylinder von ſtarkem Blei (? wohl Gußeiſen!); *B* ein Ventilkaſten, *C* ein Druckrohr, von welchem das Rohr *D* ein wenig oberhalb des Keſſels abgezweigt iſt. *D* ſetzt ſich nach *E* fort und tritt dort etwa 10 cm tief in das Innere des Keſſels ein. *F* geht nur gerade durch die Gefäßwandung hindurch und vereinigt ſich mit *D* an deſſen tiefſter Stelle. *G* iſt das Rohr, welches die Luft von der Pumpe herbringt. So lange als *D* keine Säure enthält, wird die Luft aus dem Keſſel hindurchſtreichen, und da auf dieſe Weiſe in dem Keſſel kein Druck herrſcht, ſo wird er ſich von dem Ventilkaſten aus füllen. Wenn aber das Gefäß voll iſt, ſo kann die Luft nicht mehr aus *F* heraus; die Flüſſigkeit wird dann aus *E* emporgetrieben, deſſen obere Wölbung niedriger als die von *F* liegt, und indem ſich die Heberröhre *D* füllt, kann die comprimirte Luft überhaupt nicht mehr auf andere Weiſe wirken, als daß ſie die Säure in dem Druckrohre *C* heraufttreibt und nach einem beliebigen Orte ſchafft. Sowie nun aber der Säurespiegel in dem Keſſel ſinkt, wird dies auch gleichzeitig in *D* der Fall ſein, und ſobald die untere Biegung von *D* frei geworden iſt, wird die Luft hindurchſtrömen, die noch in *D* befindliche Flüſſigkeit mit fortreißen und jetzt, nach Aufhebung des Druckes, das Spiel von Neuem durch Füllung des Keſſels von *B* aus beginnen, ohne daß die Luftpumpe überhaupt unterbrochen wird.

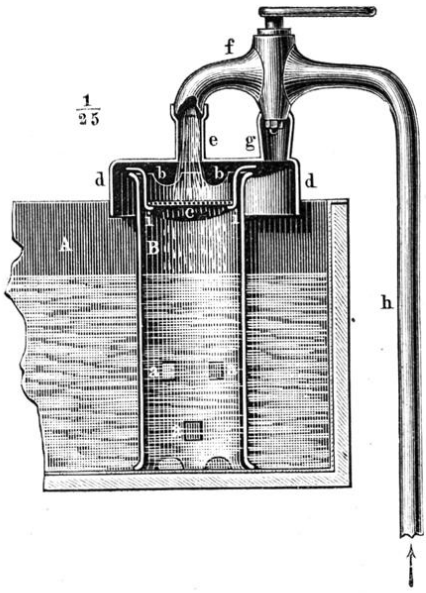
Fig. 225.



Wenn bei der allgemein üblichen Conſtruction die Operation des Pumpens beendigt iſt, ſo fängt die Luftpumpe, welcher jetzt kein Widerſtand mehr geboten iſt, auf einmal an, mit großer Geſchwindigkeit zu gehen und macht durch das Geräuſch den Arbeiter darauf aufmerkſam, daß ſie ſtill geſtellt werden muß; jetzt wird auch ſofort der Lufthahn an dem von der Pumpe zum Druckkeſſel führenden Rohre aufgemacht. Trotzdem wird es nicht zu vermeiden ſein, daß die

comprimirte Luft mit den letzten Antheilen der Säure aus dem Druckrohre oben mit Vehemenz heraustritt, und um dem Herumſchleudern von Säure dabei vorzubeugen, muß man beſondere Einrichtungen treffen, wie z. B. diejenige in Fig. 226. Man ſieht daſelbſt in dem zur Aufnahme der Säure dienenden Reſervoir *A* einen unten und oben offenen Bleicylinder *B* ſtehen. Dieſer iſt unten an einigen Stellen ausgezackt und die in ihn geſchnittenen Löcher *a a* tragen noch weiter zur freien Communication der Flüſſigkeit zwiſchen *B* und *A* bei. Auch oben iſt der Rand von *B* mit einigen ziemlich großen Ausſchnitten *b b* verſehen. In den Cylinder *B* hängt von oben an einigen Bleiſtreifen *i i* die ſiebartig durchlöcherte Platte *c* herein, und er iſt ferner von dem Deckel *d d* bedeckt, welcher jedoch nur loſe aufliegt, und gerade vermittelſt der Bleiſtreifen *i i* in einiger Entfernung von dem Rande von *B* gehalten wird, ſo daß die Luft zwiſchen dem letzteren und *d* entweichen kann. *d* hat einen 0,20 m tief herabreichenden Rand. Central über *B* iſt *d* mit einem Röhrenanſatze *e* verſehen, in welchen der Hartbleihahn *f* des Druckrohres *h* eingelöthet iſt; da es außerordentlich ſchwer iſt, einen ſolchen Hahn, namentlich bei großem Drucke, dicht zu halten, ſo iſt derſelbe unten von dem Rohre *g* umgeben, welches ebenfalls in *d* einmündet und das Abtropfende nach *A* ableitet.

Fig. 226.

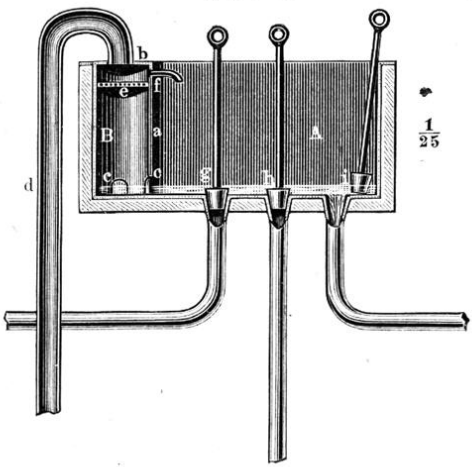


Die Vorrichtung wirkt nun in folgender Weiſe. Wenn die durch *h* emporgetriebene Säure oben ankommt, ſo fließt ſie durch *f* und *e*, dann durch das Sieb *c* und in den Cylinder *B*, von wo ſie leicht nach *A* übertritt. Wenn aber im letzten Stadium ein gepreßter Luftſtrom zugleich mit Säure ankommt, ſo kann nicht nur die letztere jetzt nicht herumſpritzen, ſondern es kann auch der Luftſtrom auf die Oberfläche der Säure im Reſervoir nicht mehr in der Art wirken, daß ſie umhergeſchleudert wird, denn er bricht ſich an dem Siebe *c* und entweicht durch die Oeffnungen von *c* und den ringförmigen Raum unter *d* ohne Schaden; die ihn begleitende Säure aber fließt durch das Sieb *c* ruhig ab. Der Hahn *f* (und das Rohr *g*) ſind übrigens nur dann nöthig, wenn man mit einem einzigen Druckrohre mehrere ziemlich weit von einander entfernte Säurebehälter verſehen will, z. B. eines auf dem Abſorptionsthurme und zwei auf dem Gloverthurm; dann muß man das Druckrohr in zwei Zweige theilen und jedem ſeinen Abſchlußhahn geben, von denen nur der des gerade zu füllenden Behälters geöffnet wird. Wenn jedoch die zu füllenden Behälter nahe an einander liegen, ſo braucht man keine

Hähne, sondern kann sich der einfacheren Vorrichtung Fig. 227 bedienen, welche man auch noch bedeutend kleiner machen kann, als sie, der Deutlichkeit wegen, dort gezeichnet ist. In dem kleinen ausgebleieten Kasten *A* ist eine besondere Abtheilung *B* durch eine bleierne Scheidewand *a* und Decke *b* abgegrenzt. Unten ist die Wand von *B* mit den Auszackungen *c c* zur Communication mit *A* versehen. Das Druckrohr *d* mündet in den Deckel *b*; die Luft stößt sich an dem Siebe *e* und entweicht unschädlich aus der Röhre *f*. Im Boden von *A* sind drei Ventilsitze *g*, *h* und *i*, welche mit ebenso viel, nach verschiedenen Säurebehältern führenden Röhren verbunden sind; aber nur eines der Ventile wird immer offen gelassen (in der Zeichnung gerade *i*); die anderen beiden bleiben durch Pflöcke verschlossen; die mit ihnen communicirenden Behälter empfangen also nichts.

In kleineren Fabriken ist gewöhnlich nur ein Druckkessel vorhanden, welcher abwechselnd dazu dient, um sämmtliche starke Säure, Nitrose und Kammersäure aufzupumpen. Dabei muß freilich die Luftpumpe immer während der Zeit stillstehen, daß der Druckkessel sich aus irgend einem der Reservoire füllt; aber wenn das Kammersystem nicht 4000 bis 6000 m übersteigt, ist Zeit genug dafür vorhanden. Wo aber mehr Kammern (abgesehen von ihrer Gruppirung zu Systemen) vorhanden sind, da wird man wenigstens zwei Druckkessel gebrauchen, von denen gewöhnlich der eine für concentrirte Säure und für Nitrose, der andere für Kammersäure verwendet wird; alsdann kann immer noch dieselbe Luftpumpe den Dienst thun, indem man ihr Luftdruckrohr mit zwei, durch Ventile abschließbaren Abzweigungen versieht und immer einen Kessel sich füllen läßt, während der Inhalt des anderen aufgepumpt wird. Dabei wird also die Luftpumpe besser ausgenutzt.

Fig. 227.



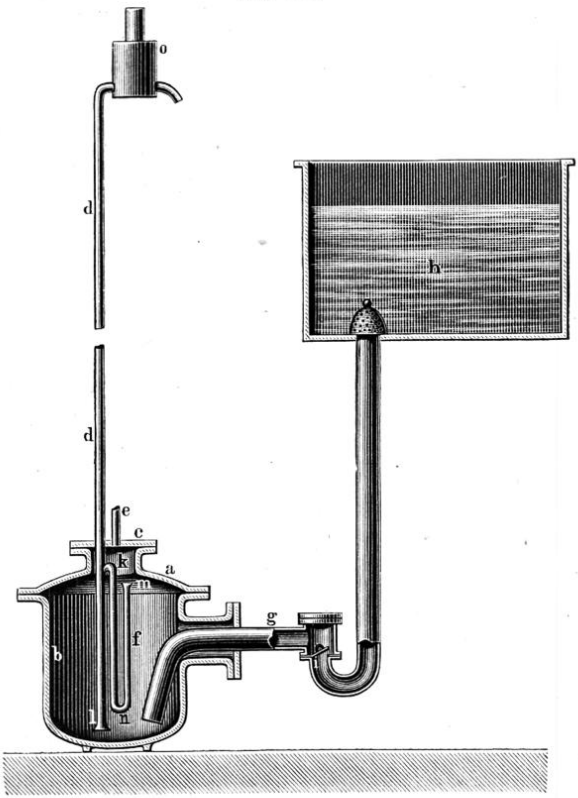
1/25

Johnson und Hutchinson (Engl. Pat. Nr. 8141, 1885) beschreiben eine Combination von drei aufrechten Gefäßen, welche in der Art verbunden sind, daß die in einem derselben enthaltene comprimirte Luft immer in dem nächsten benutzt wird und nicht, wie bei dem gewöhnlichen Verfahren, verloren geht.

Die verschiedenen in den (unter J. Kolb's Generaldirection stehenden) Kuhlmann'schen Fabriken angewendeten „Emulseure“ und „Pulsometer“ sind zwar am nützlichsten für Salpetersäure und Salzsäure, sollen aber auch für die Hebung der Schwefelsäure noch großen Vortheil gegenüber den gewöhnlichen Druckkesseln mit Luftpumpen gewähren. Dieselben sind in Fischer's Jahresber. 1887, S. 505 ff. beschrieben; der beste davon, das Laurent'sche Pulsometer, ist von mir selbst in der Zeitschr. f. angew. Chemie 1889, S. 664 genauer

beſchrieben und abgebildet worden. Der in drei Formen, Fig. 228 bis 230, gezeigte Apparat wird für Schwefelſäure aus einem Gußeiſenkeſſel und Bleiröhren, für Salzſäure und Salpeterſäure aus einem Thongefäß und Thonröhren hergeſtellt. Fig. 228 und 229 eignen ſich für Gußeiſen, Fig. 230 für Thon. Der Deckel *a* wird auf den Keſſel *b* im erſteren Falle am beſten mittelſt eines Bleiringes, im zweiten Falle mit Kautſchuk gedichtet. *c* iſt das Mannloch (welches bei dem Thongefäße fortfallen kann), durch deſſen Deckel das Steigrohr *d* und das Luftdruckrohr *e* hindurchgehen. Das Steigrohr *d* iſt mit dem ſeitlichen

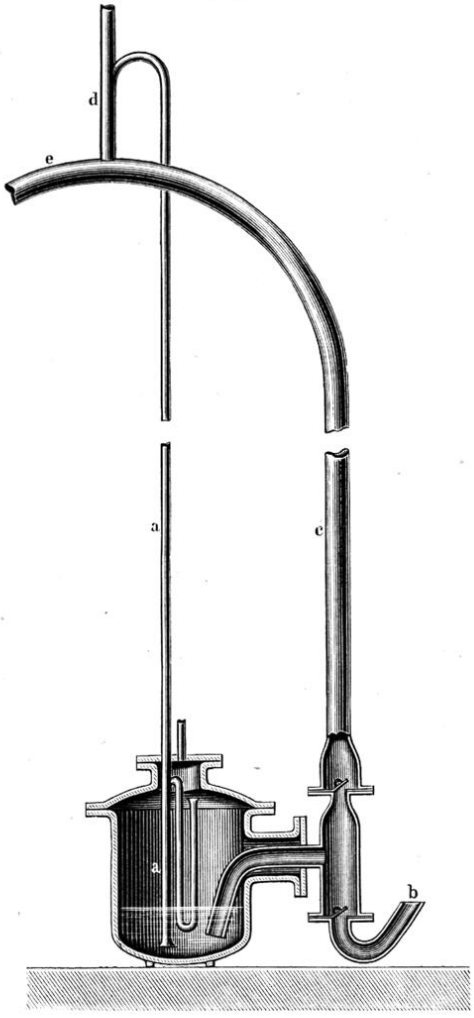
Fig. 228.



Heber *f* verbunden, welcher, wie wir ſehen werden, das Spiel des Apparates bewirkt. Das Speiſerohr *g* ſteht in Verbindung mit dem Säurebehälter *h*; dieſer muß ſo hoch aufgeſtellt ſein, daß ſelbſt bei völlig angefülltem Pulſometer und faſt leerem Behälter *h* noch eine Flüſſigkeitsſäule von etwas größerer Höhe, als die Länge des längeren Heberarmes von *f* beträgt, auf dem Pulſometer laſtet. Die Klappe *i*, welche auch durch ein Kugelventil oder (namentlich bei Salzſäure oder Salpeterſäure) durch ein am unteren Ende von *g* angebrachtes Kautſchukrohr mit Schlitz (Bunſenventil) erſetzt werden kann, wie es Fig. 230

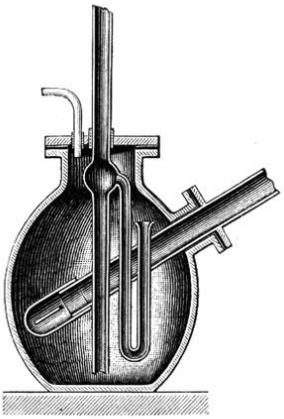
zeigt, verhindert das Zurücksteigen von Säure nach *h*, während sie in *d* aufsteigt. Es ist kaum nöthig, zu sagen, daß alle Verbindungen in bekannter Weise vollkommen gedichtet sein müssen; das Rohr *d* muß so angelegt sein, daß man es mit dem Heber *f* zur Besichtigung des letzteren herausziehen kann.

Fig. 229.



Der Apparat arbeitet wie folgt. Die Flüssigkeit läuft aus dem Behälter *h* durch *g* nach *b*, wobei die ohne Unterbrechung von der Luftpumpe her durch *e* einströmende Druckluft durch *f* und *d* entweicht. Sobald sich das Gefäß *b* bis zur oberen Mündung von *f* gefüllt hat, kann die Luft nicht mehr gut hinaus, und

Fig. 230.



entsteht daher schon ein wenig Druck. Trotzdem steigt in Folge des Trägheitsmomentes die Säure noch immer etwas höher, kommt bis zum höchsten Punkte des Hebers (bei *k*) und bringt diesen zum Fließen, worauf sich sofort das Flüssigkeitsniveau in allen Röhren auf die Höhe der Ausflußöffnung von *f*, also auf *m* einstellt. Da nun die Luft nicht mehr entweichen kann, so vermehrt sich der Druck allmälig und die Flüssigkeit steigt im Rohre *d* auf, während sie in dem Kessel *b* sinkt. Da der Druck auf dem Flüssigkeitsspiegel in *b* auf allen Punkten der gleiche sein muß, und jeder Punkt auch den Gegendruck der Flüssigkeitssäule in *d* auszuhalten hat, so muß die Säure innerhalb des äußeren Heber-

ſchenkels von *f* genau ebenſo wie in dem Keſſel *b* ſinken (wie dies genau eingeſtellt werden kann, werden wir unten ſehen) und das Niveau in beiden ſchließlich bei *n* ankommen. Jetzt wird, da die Höhe der Säule am unteren Ende *l* des Rohres *d* bis zu ſeinem oberen Ausfluſſe *o* immer noch etwas größer als diejenige von dem tiefſten Punkte des Hebers *n* bis zum Ausfluſſe *o* iſt, die Luft die Säure von *n* nach *o* hinauswerfen, der Druck im Inneren von *b* wird aufhören, und dieſes Gefäß wird ſich von Neuem von *h* aus durch *i* und *g* anfüllen können. Selbſt wenn durch Zufall bei der letzten Wirkung etwas Säure aus *d* nach dem Heber *f* zurückgefloſſen wäre und dieſen angefüllt hätte, ſo wird doch der dadurch verurſachte Druck die Anfüllung von *b* aus *h* nicht hindern können, da, wie oben angeführt, durch deſſen höhere Aufſtellung für einen entſprechenden Druck aus *h* geſorgt iſt. — Sollte während der Hebung der Säure der Ausfluß aus *o* wegen der Reibung in *d* nicht ſo ſtark ſein, als dem Volum der bei *e* eintretenden Luft entſpricht, ſo wird natürlich ſtarker Druck auf den Flüſſigkeitsſpiegel in *b* entſtehen, und kann ſchließlich die Säure im Heber bis an den Punkt *n* gedrückt werden, ehe das äußere Niveau in *b* bis dahin geſunken iſt; alsdann wird die Luft unaufhörlich in Blaſen durch *n* nach *d* und *o* aufſteigen, indem ſie die entſprechende Flüſſigkeitsſchicht ſchwebend hält. Dieſes Durchglucken kann man aber leicht von außen hören, wenn man das Ohr an *d* legt und kann dann dieſen Uebelſtand beheben, indem man zunächſt den Druckluftahn ein wenig ſchließt und ſpäter auf dem folgenden Wege eine bleibende Regulirung anbringt, die bewirkt, daß der Druck in dem Pulſometer nie höher als einige Centimeter über den zur Hebung im Rohre *d* nöthigen ſteigt. In dem Druckluftrohre *e*, welches 5 bis 6 mm weit iſt, wird zwiſchen dem darauf angebrachten (hier nicht gezeigten) Abſchlußhahn und der Mündung von *e* in dem Deckel *c* eine Flanſchenverbindung eingeſchaltet, in welche ein Kupferſcheibchen eingelegt iſt, das ein Loch von etwa 1 mm Durchmeſſer enthält. Findet man, daß bei offenem Hahne dieſes Loch noch zu weit iſt, das heißt, daß die Luft im Steigrohre *d* durchgluckt, anſtatt die Säure zu heben, ſo verengert man das Loch in dem Kupferſcheibchen ſoweit als nöthig, und braucht dann den Hahn nur jedesmal ganz zu öffnen, ſobald der Apparat in Gang geſetzt werden ſoll. Alsdann kann er Jahre lang ohne Störung functioniren, ſo lange nicht fremde Körper in das Ventil *i* gerathen.

Da man während der Füllung von *b* natürlich Druckluft verliert, ſo iſt es beſſer, den Behälter *h* ſo hoch wie möglich aufzuſtellen, mindeſtens 1,5 m über dem Pulſometer, und das Speiſerohr *g* recht weit zu nehmen. Die Druckluft muß durchaus unter gleichförmiger Spannung ſtehen, alſo der Compreſſor mit einem Windkeſſel oder anderweitigem Regulator verbunden ſein, ſo daß der Zeiger des Druckmeſſers conſtant bleibt. Die Oeffnung in der durchbohrten Regulirungsſcheibe muß auf den höchſten im Apparate eintretenden Druck eingerichtet ſein. — Um Säure auf eine größere Höhe zu heben, als der Druck der zur Dispoſition ſtehenden Luftpumpe geſtattet, z. B. auf 30 bis 35 m Höhe mit Luft von 4 Atm., kann man ſo verfahren, daß man ein zweites Pulſometer auf mittlerer Höhe aufſtellt und beide ſo regulirt, daß ſie richtig zuſammenſpielen. Es kommt vor Allem darauf an, daß das Ventil *i* richtig functionirt und vermittelſt eines Reinigungsdeckels leicht immer wieder in Ordnung gebracht werden

kann, da dieses Ventil der einzige bewegliche Theil des Apparates ist; bei Salzsäure oder Kammerschwefelsäure kann es von Kautschuk, bei Schwefelsäure von 60° B. (71° D.) und darüber muß es von Blei und sehr sorgfältig gearbeitet sein, weil bei nicht völliger Dichtheit desselben natürlich die Leistung des Pulsometers bedeutend sinkt.

Der große Vortheil dieses Apparates ist der, daß er, einmal richtig eingestellt, gar keiner Bedienung bedarf und vielmehr Tag und Nacht ohne Unterbrechung functionirt; durch Schließen oder Oeffnen eines Hahnes wird er augenblicklich ab- oder angestellt. Die einmaligen Kosten desselben betragen viel weniger, als der Bruchseisenwerth der gewöhnlichen Druckkessel.

Fig. 228 stellt ein Pulsometer von 50 Liter Gesammtraum und 40 Liter nützlichem Raum vor; das Steigrohr *d* muß 35 mm weit sein. Die Luft wird dann beim Eintritt durch den Heber die ganze Flüssigkeitssäule heben und hinausschleudern, während bei einem weiteren Rohre ein Theil der Säure zurückfließen und Luft daneben aufsteigen würde. Der Apparat kann 30 Spiele in der Stunde geben und in 24 Stunden 25 bis 30 cbm Säure heben. Der Apparat Fig. 229, welcher für größere Geschwindigkeit bestimmt ist, hat ein inneres Steigrohr *a* von 25 bis 35 mm Weite und ein erheblich weiteres äußeres, mit Ventil versehenes Speiserohr *b*, auf welchem ein weites Druckrohr *c*, ebenfalls mit einem Ventile, aufsitzt, das in der gezeigten Art mit dem Steigrohre *a* nahe an dessen Ausmündung verbunden ist und welches natürlich stets gefüllt bleibt. Der Ausfluß geschieht dann unter dem Drucke der Säule *de* und kann bei großer Weite des Rohres *c* eine außerordentlich große Leistung ergeben.

Fig. 230 zeigt die für Thonapparate geeignete Form; diese sollen einen Druck von 4 Atm. aushalten können.

A. Simon (Zeitschr. f. angew. Chem. 1890, S. 356) beschreibt eine Combination zweier Pulsometer, welche durch ein Y-Rohr mit selbstthätigem Kugelventile verbunden sind; dies bewirkt, daß nicht, wie sonst, bei der Füllung des Gefäßes comprimirte Luft verloren geht, indem diese dann in das andere der beiden Gefäße einströmt.

Andere Salpeter-Wiedergewinnungs-Apparate nach dem Gay-Lussac'schen Principe.

Anstatt des Gay-Lussac'schen Koksthurmes werden auch in manchen Fabriken, doch sehr selten in größeren, und überhaupt nur ausnahmsweise, Absorptionsapparate von der Art Woulff'scher Flaschen gebraucht. Zwei verschiedene Einrichtungen der Art, welche jetzt ganz veraltet sind, finden sich (nach Schwarzenberg) in der 1. Aufl. d. W. I, S. 377 bis 379 beschrieben und abgebildet.

Wichtiger als dies sind die Vorschläge, die Form eines Absorptionsthurmes beizubehalten, aber diesen in billigerer, oder aber in rationellerer Weise als die gewöhnlichen großen Koksthürme zu construiren. In der 1. Aufl. d. W. I, S. 357 und 358, sind zwei solche Apparate, beide aus Thonröhren bestehend, gezeigt, aber es ist nutzlos, diese nochmals wiederzugeben, da der eine davon un-

vollſtändig wirkt und der andere überhaupt gar nicht in der Praxis verſucht worden iſt.

Eine ſehr wichtige Ergänzung zu den Gay-Luſſacthürmen, beſonders wenn dieſe nicht groß genug ſind, war beabſichtigt durch einen von Benker erfundenen und von der Société Anonyme de Produits Chimiques de Javel patentirten Apparat (G. P. Nr. 30749). Er beſteht aus einer kleinen Bleikammer, welche zwiſchen der letzten Kammer und dem Gay-Luſſacthurme aufgeſtellt iſt. Auf ihrem Boden iſt ein mit ein wenig Koks bedeckter Roſt zur Vertheilung der Gaſe. An der Decke ſind mehrere Platin-Zerſtäuber von der in Fig. 177, S. 386 gezeigten Form, durch welche ein feiner Regen von Schwefelſäure in der kleinen Kammer erzeugt werden ſollte. Die Gaſe geben an dieſen beim Durchſtreichen der Kammer einen großen Theil ihrer ſalpetrigen Säure ab, ſo daß für den Gay-Luſſacthurm viel weniger Arbeit übrig bleibt. — Dieſes Verfahren iſt in mehreren Fabriken ausgeführt worden, aber nur mit mäßigem Erfolge. Vermuthlich fallen die Säuretröpfchen doch zu ſchnell nieder, als daß die Salpetergaſe mit ihnen in genügende Berührung kämen.

Ich halte dafür, daß die Gay-Luſſacthürme am beſten nach dem Syſtem der von mir mit Rohrmann erfundenen „Plattenthürme“ conſtruirt werden, wie es S. 347 ff. in Verbindung mit meinen Vorſchlägen zur Verminderung des Bleikammerraumes beſchrieben iſt. Dort iſt gezeigt, wie bei dieſem Syſtem die Berührung zwiſchen der Flüſſigkeit und den Gaſen in möglichſt rationeller Weiſe hervorgebracht wird. Das Volum des Thurmes kann daher auf $^1/_{10}$ oder gar $^1/_{20}$ von dem der Koksthürme reducirt werden. Um den Querſchnitt beliebig groß machen zu können, ſind die gelochten Platten von quadratiſcher Geſtalt, etwa 60×50 cm, gemacht, und werden zu vier, ſechs, acht oder mehr in horizontalen Schichten zuſammengeſtellt, von denen eine beliebige Anzahl mittelſt dazu geeigneter Träger über einander geſtellt werden. Das Ganze befindet ſich im Inneren eines Bleimantels. Jede Platte hat etwa 1000 Löcher von 8 mm Durchmeſſer, ſo daß der Geſammtquerſchnitt der Löcher einer Platte den Gaſen von der Verbrennung von 700 bis 1000 kg Pyrit in 24 Stunden entſpricht. So wird z. B. ein täglich 5 bis 6 Tons Pyrit conſumirendes Kammerſyſtem einen Thurm brauchen, welcher in jeder Horizontalſchicht ſechs Platten und 30 ſolcher Schichten über einander hat. Eine ſolche Säule von etwa $2 \times 1{,}5$ m Fläche und 4,5 m Höhe erſetzt einen Koksthurm von 2,5 m Durchmeſſer und 18 m Höhe. Hier giebt es keine Abnutzung wie bei Koks; die Platten können im Bedürfnißfalle durch Ausſpülen des Thurmes mit einem Waſſerſtrome oder ſchlimmſten Falles durch Herausnehmen gereinigt werden. Um die Errichtung und Reinigung oder das Auseinandernehmen der Thürme zu erleichtern, wird der Bleimantel aus einzelnen horizontal mit einander durch Bolzen verbundenen Theilſtücken aufgebaut, wie Fig. 146, S. 348 es deutlich zeigt.

Ein Nachtheil bleibt es allerdings hierbei, daß wegen der Kleinheit des Plattenthurmes kein genügender Ausgleichungsbehälter für die unvermeidlichen Schwankungen im Zug und in der Menge der Salpetergaſe gegeben iſt, und daß deshalb die Gaſe den Plattenthurm leicht zu ſchnell durchſtreichen werden. Dies ließe ſich nur dann vermeiden, wenn man den Plattenthurm weit größer

als angegeben macht, was aber zu theuer käme. Ich kann daher nur empfehlen, einen Plattenthurm mit einem gewöhnlichen Koksthurme zu combiniren, in der Art, daß die friſche Schwefelſäure aus dem Gloverthurme auf den Koksthurm fließt, dort ein wenig Salpetergaſe aufnimmt und nun zur Speiſung des Plattenthurmes verwendet wird, in den die Kammergaſe zuerſt einſtrömen und dabei den größten Theil der Salpetergaſe abgeben, ſo daß für den Koksthurm nur ein kleiner Reſt übrig bleibt. Die Erfahrung hat gezeigt (vergl. unten beim Gloverthurme), daß ein verhältnißmäßig ganz kleiner Plattenthurm den größten Theil der Arbeit zu verrichten vermag, ſo daß für den Koksthurm nur die Zurückhaltung der letzten Reſte und eben die Ausgleichung der unvermeidlichen Ungleichheiten übrig bleibt. Man kann augenſcheinlich ſehr gut einen größeren Koksthurm für mehrere Kammerſyſteme gemeinſchaftlich anwenden, die jedes zunächſt ihren eigenen Plattenthurm haben, wie dies z. B. in analoger Weiſe, wenn auch nur mit Koksthürmen, in Griesheim geſchieht (S. 466). Ohnehin wird ja jetzt in allen beſſer geleiteten Fabriken das Kammergas durch zwei Thürme geleitet, um die Salpetergaſe vollkommener zurückzuhalten. Man wird in Bezug auf das Kammergas am beſten ſo operiren, daß vor dem Plattenthurme noch etwas Druck, hinter dieſem, alſo vor dem Koksthurme, ſchon Saugung ſtattfindet. Ein beſonderer Vorzug des empfohlenen Syſtems iſt es aber, daß man wegen der geringen Höhe eines Plattenthurmes ihn ganz leicht ſo aufſtellen kann, daß Nitroſe aus dem hinter ihm kommenden Koksthurme durch natürlichen Fall, alſo ohne Pumpen, auf den Plattenthurm kommt. Endlich iſt zu bedenken, daß die gegen den Koks, wegen deſſen Wirkung auf Nitroſe, zu machenden Einwürfe (S. 148, 344, 473) bei dem empfohlenen Syſteme fortfallen, weil hier ſicher die Gaſe in dem Plattenthurme ſo vollſtändig abgekühlt und die Stickſtoffverbindungen ſo weit herausgenommen worden ſind, daß eine ſchädliche Wirkung der Koks keinesfalls mehr zu befürchten iſt.

Arbeit mit dem Abſorptionsthurme.

Hierbei iſt hauptſächlich auf folgende Punkte zu achten. Das Gas, welches in den Thurm eintritt, muß in der betreffenden Laterne deutlich rothe Farbe zeigen; dagegen muß die Austrittslaterne, hinter welcher man zweckmäßig ein weiß angeſtrichenes Brett anbringt, abſolut farblos ſein. Auch das oben aus dem Thurme, reſp. dem mit ihm verbundenen Schornſteine austretende Gas darf nicht, ſowie es ſich mit der äußeren Luft miſcht, rothe Dämpfe geben. Ferner muß das Kammergas, ehe es in den Thurm tritt, ſo trocken und ſo kalt als möglich ſein, um die Abſorptionsſäure nicht zu verdünnen oder zu erwärmen. Zu dieſem Zwecke giebt man auch ſchon in der letzten Kammer ſehr wenig Dampf, ſo daß ihre Säure auf etwa 50° B. (53° D.) bleibt, und führt oft das Gas noch durch ein längeres Rohr oder einen Canal, oder in einen flachen Kaſten mit mehreren verticalen Scheidewänden, worin es im Zickzack hin- und herſtreichen muß. Bei dieſen Vorrichtungen kann, namentlich im Sommer, noch Waſſer zur äußerlichen Abkühlung zu Hilfe genommen werden; auch wird an den Boden des

Kastens wohl schon concentrirte Schwefelsäure gebracht, um die Gase zu trocknen, was den Thurm einigermaßen anticipirt.

Die zur Absorption dienende Säure muß mindestens 60° B. (71° D.) zeigen; doch ist das eben ein Minimum, welches man immer zu überschreiten suchen sollte; Säure von 61° (73° D.) absorbirt schon viel besser, solche von $61\frac{1}{2}$° oder 62° B. (74,5 bis 75,3° D.) noch besser. Wenn man irgend kann, wird man immer 62grädige Säure zur Absorption anwenden. Man wird solche Säure aus dem Gloverthurme mit Leichtigkeit gewinnen können; weniger leicht aus den auf den Pyritöfen stehenden Pfannen, wo die Säure meist nur bis 60° B. (71° D.) kommt. Daß man aber, wie es Schwarzenberg S. 395 vorschlägt, auf der anderen Seite 66grädige Säure nehmen sollte, weil diese dreimal so viel salpetrige Säure aufnimmt, als 60grädige, davon kann gar keine Rede sein; die ganz unverhältnißmäßigen Mehrkosten der Concentration von 62 auf 66° B. (75 auf 84° D.) verbieten dieses entschieden. Vor Allem aber muß auch darauf gehalten werden, daß die Säure, welche zur Absorption dient, so kalt als möglich sei. In der Hitze ist die Absorption sehr unvollständig; es geht viel Salpetergas verloren und daneben entsteht schwache Nitrose. Auch ist dann die reducirende Wirkung des Koks viel stärker (S. 149). Bornträger (Dingl. Journ. 258, 230) verlangt gar eine Abkühlung bis auf 5°; aber dies ist praktisch nicht ausführbar. In den französischen Fabriken hält man sogar 25° für die beste Temperatur für den vorliegenden Zweck. Man muß also entweder einen sehr großen Behälter haben, in welchem die in Pfannen oder im Gloverthurme concentrirte Säure sich abkühlen kann, ehe sie für den Gay-Lussacthurm verwendet wird, oder, da die Abkühlung durch die alleinige Wirkung der Luft sehr langsam vor sich geht, namentlich im Sommer, und in großen Fabriken ganz enorme Behälter dafür nöthig sein würden, man wendet eine specielle Kühlvorrichtung an. Als solche findet man in vielen Fabriken Doppelrinnen angebracht, eine äußere, mit Wasser gefüllte, und eine innere, in welcher die heiße Säure läuft. Es ist dabei meist nicht thunlich, daß man dem Kühlwasser, nach rationellen Kühlprincipien, einen dem der Säure entgegengesetzten Strom anweist, weil bei der Länge der nöthigen Rinnen dazu kein Fall vorhanden ist. Auch haben solche Doppelrinnen die unangenehme Neigung dazu, daß sich der Boden aufbläst, wenn einmal ein etwas größerer Druck an einzelnen Stellen stattfindet, weil das Blei in der Hitze von seiner ohnehin geringen Festigkeit noch mehr einbüßt. Diesem Uebelstande kann man vorbeugen, wenn man verfährt, wie es Fig. 231 andeutet, nämlich etwa alle 10 m in der Rinne ein Rohr anbringt, welches von dem Doppelboden durch die obere Rinne in die Höhe steigt und sich über deren Seite biegt; es kann dann bei stärkerem Drucke das Wasser aus dem Doppelboden heraustreten, ohne sich mit der Säure zu mischen. Auch dient das aufsteigende Rohr zum Entweichen der Luftbläschen, welche oft in dem Wasser enthalten sind und eine Stauung desselben, sowie ein Aufblasen der Rinne bewirken können.

Fig. 231.

Unter den sehr mannigfaltigen Vorrichtungen zum Kühlen der starken Säure, welche bei aller Verschiedenheit sämmtlich einen gemeinsamen Zug tragen, nämlich das häufige Schadhaftwerden, wird folgender Apparat in den englischen Fabriken

für den leiſtungsfähigſten gehalten. Fig. 232 iſt ein Längsdurchſchnitt nach der Linie *AB* des Grundriſſes Fig. 234, Fig. 233 ein Querſchnitt nach der Linie *CD* deſſelben. Die Zeichnung iſt im Maßſtabe von 1 : 25 angelegt, jedoch müſſen der Kühltrog und die entſprechenden Röhren in der Regel länger ſein, als es hier gezeichnet iſt, um der Figur keine zu große Ausdehnung zu geben. Für eine Production von wöchentlich 100 Tonnen Säure z. B. ſollte der Trog im Ganzen 6 m lang ſein. Der Trog iſt 1,2 m breit und 0,6 m hoch und mit Blei ausgekleidet; zwei verticale Scheidewände von Blei theilen ihn in drei Abtheilungen,

Fig. 232.

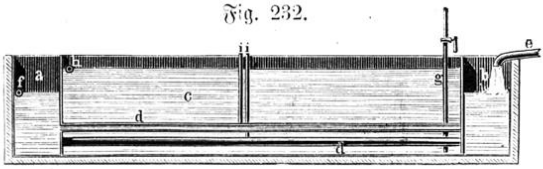
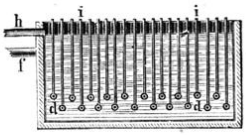
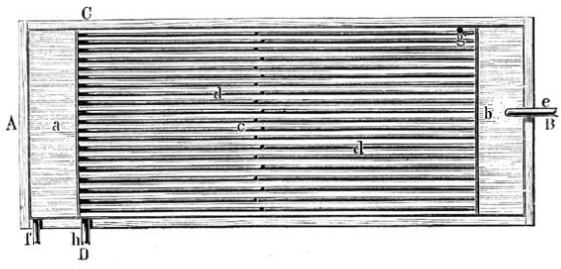


Fig. 233.



zwei kleine *a* und *b* an den Enden und eine große *c* in der Mitte. In *a* und *b* befindet ſich Säure, in *c* Waſſer; *a* und *b* ſind verbunden durch etwa 20 Bleiröhren *dd*, von 31 mm Weite, welche in die Querſcheidewände eingelöthet ſind und dieſelben zugleich ſo abſteifen, daß ſie dem Drucke der Flüſſigkeiten gut widerſtehen können. Die heiße Säure fließt nun durch das Rohr *e* ein, ſammelt ſich in der Abtheilung *b* und fließt durch die Röhren *dd* nach der Abtheilung *a* hinüber, um durch das durch die Wand des Troges gehende Rohr *f* wieder abzufließen. In dem inneren Kaſten *c* fließt kaltes Waſſer durch das Rohr *g* ein

Fig. 234.



und das heiße Waſſer durch *h* wieder aus. Der Strom der Säure durch die vielen Röhren wird nun ein ſehr langſamer ſein, und die Säure findet Zeit genug, ihre Wärme an das Kühlwaſſer abzugeben. Die verticalen, 22 mm weiten Röhrchen *ii*, welche auf jeder der Röhren *dd* aufſitzen und über den Waſſerſpiegel in *c* herausragen, dienen dazu, um einmal dem oft mit der heißen Säure gehenden Gaſe einen Ausweg zu verſchaffen, und zweitens, um bei Verſtopfungen der Röhren ſie ausblaſen zu können. Der Apparat wird alle drei Wochen entleert, gereinigt und nachgeſehen; auch iſt es gut, täglich mehrmals das Kühlwaſſer mit Lackmuspapier auf Säure zu prüfen, obwohl höchſt ſelten etwas gefunden wird. Die Säure kühlt ſich darin mit Leichtigkeit von 130° C. bei *e*, auf 37° C. bei *f* ab, und kann bei dieſer letzteren Wärme unbedenklich zum Abſorbiren genommen werden, während ſchon Säure von 50° C. merklich ſchlechter abſorbirt, und wärmere natürlich noch ſchlechter. In einer anderen größeren Fabrik ſah ich einen Trog von 30 m Länge und 1,2 m Breite, in welchem die, vorher von 132° auf 100° in einer Doppel-

rinne abgekühlte Säure an einem Ende eintrat und das andere Ende auf 15° abgekühlt verließ; dieſe Einrichtung langte für drei Kammerſyſteme von je 4000 cbm aus.

Eine viel einfachere, dabei aber doch vollkommen wirkſame Kühlvorrichtung findet ſich in den Fabriken zu Außig, Stolberg u. a. Die Säure des Gloverthurmes fließt unmittelbar aus dieſem in einen cylindriſchen Trog aus dickem Blei von etwa 60 cm Durchmeſſer und Höhe ein, und durch ein vom Boden deſſelben abgehendes und ſich wieder noch oben biegendes Rohr wieder aus. In dem Troge liegt eine eng gewundene Bleiſchlange, durch welche fortwährend von oben eingeleitetes kaltes Waſſer ſtrömt, das ſich in dem vom Boden aufſteigenden Theile der Schlange erwärmt erhebt und oben weggeleitet wird. Die Kühlung geht darin gewöhnlich bis 40° und wird durch Stehenlaſſen in Behältern vollendet, ließe ſich aber leicht bis auf 30 bis 35° ſchon in dem Apparate ſelbſt bringen. Dieſe Art der Kühlung iſt ſehr rationell, weil die oben einſtrömende heiße Säure mit dem oberen, heißeſten Theile der Waſſerſchlange in Berührung kommt, während die ſchließlich vom Boden aus abfließende, ſo weit als möglich erkaltete Säure noch durch das ganz kalte Waſſer in dem unterſten Theile der Schlange abgekühlt wird. Auch entſteht hier kein Uebelſtand durch den aus der Säure ſich abſetzenden Schlamm, wenn man zur öfteren Beſeitigung deſſelben ein Schlammventil im Boden des Troges anbringt, da ja die Säure durch dieſen, nicht durch die Schlange läuft, welche ſich freilich im anderen Falle ſehr leicht verſtopfen würde, wenn nämlich die Säure durch die Schlange und das Waſſer durch das äußere Gefäß liefe.

In großen Fabriken findet man zuweilen beide genannte Syſteme mit einander verbunden. Vermuthlich das beſte Syſtem iſt ein ſenkrechter Kühler, ähnlich wie er in einigen Steinkohlentheer-Deſtillationen zur Abkühlung von Benzoldämpfen angewendet wird (Lunge, Steinkohlentheer u. Ammoniak, 3. Aufl., Fig. 116, S. 389). Hierbei ſind zwei Cylinder oder Käſten über einander geſtellt und durch eine große Anzahl (50 bis 100) enger, ſenkrechter Röhren, etwa 12 mm weit und 60 cm lang, mit einander verbunden. Das Ganze ſteht in einem weiteren Troge, welcher mit Kühlwaſſer geſpeiſt wird. Die heiße Säure läuft in den oberen Cylinder, gelangt allmälig durch die vielen Röhren, welche eine große Kühlfläche darbieten, nach unten, ſteigt durch ein aus dem unteren Cylinder abgehendes Rohr wieder nach oben und fließt beinahe im Niveau des oberen Cylinders ab. Der untere Cylinder hat ein Schlammventil. Auch kann man die Säure in dem äußeren Troge und das Kühlwaſſer in dem inwendigen Syſtem laufen laſſen.

Eine recht gute Kühlvorrichtung, die ich mehrfach geſehen habe, beſchreibe ich nach mir von Dr. Stahl gegebenen Notizen. Ein Kaſten von 6 m Länge, 1,5 m Breite und 15 cm Tiefe (inwendig), aus Holz mit 3 mm Blei ausgefüttert, iſt durch 10 cm hohe Bleiſtreifen in zehn Längsrinnen von 15 cm Breite getheilt, welche an abwechſelnden Enden mit einander communiciren und ſomit einen Zickzackcanal von 60 m Länge bilden. In dieſem liegt ein Bleirohr von 25 bis 30 mm Weite. Die Säure läuft in der Zickzackrinne, Kühlwaſſer in entgegengeſetzter Richtung durch das Bleirohr. Da, wo die heiße Säure eintritt,

ist die Rinne durch eine zweite, lose eingelegte Rinne von dickem Blei auf etwa 1,2 m Länge geschützt. Wenn man dieses Schutzstück etwa alle sechs Monate erneuert, so hält der Apparat viele Jahre ohne Reparaturen aus. Bei den angegebenen Abmessungen kann man damit alle 24 Stunden 18 Tons Gloverthurmsäure auf 30° C. abkühlen. — Eine hiermit in allen wesentlichen Stücken übereinstimmende Vorrichtung, in welcher die Säure sogar einen Weg von 300 m macht und dabei von 139 bis 149° auf 28 bis 39° abgekühlt wird, beschreibt Crowder (Journ. Soc. Chem. Ind. 1891, p. 300).

Vermuthlich könnte man sehr gut mittelst eines Luftstromes kühlen, indem man entweder einen solchen durch die heiße Säure durchbläst, oder die Säure in einem Thurme herunterlaufen läßt, in welchem durch einen Ventilator oder durch Kaminzug ein aufsteigender Luftstrom hervorgebracht wird. Bei sehr großen Säuremengen könnte freilich die Herbeischaffung der nöthigen Abkühlungsluft zu theuer kommen.

Crowder (a. a. O.) bezweifelt die Nothwendigkeit der Abkühlung der zur Speisung des Gay-Lussacthurmes verwendeten Säure, außer wegen des Angriffes auf das Blei, auf Grund von Laboratoriumsversuchen, wonach Säure von 1,75 specif. Gew. das N_2O_3 aus Kammergasen bei 100° nicht sehr viel schlechter als bei gewöhnlicher Temperatur absorbirte. Aber seine Versuche sind doch gar nicht maßgebend zur Entscheidung der Frage; er ging nämlich nur so weit, daß 0,47 bis höchstens 0,69 Proc. N_2O_3 von der Säure aufgenommen werden. Wir wissen aber aus den Beobachtungen über die Salpetrigsäurespannung von Schwefelsäure (S. 142), daß diese mit der Menge der aufgelösten N_2O_3 sehr rasch wächst, immer aber mit steigender Temperatur bedeutend steigt. Bei dem geringen Procentgehalte an N_2O_3, wie sie Crowder anwendete, ist auch bei höheren Temperaturen die Nitrosespannung noch gering. In der Praxis muß man aber höhere Gehalte an N_2O_3 erzielen, wobei jede höhere Temperatur der Säure sofort sehr schädlich wirken muß.

Unter gewöhnlichen Umständen wird man zur Absorption im Gay-Lussacthurme mindestens die Hälfte der überhaupt producirten Säure verwenden müssen. Man bekommt dieselbe im Gloverthurme vollständig ohne andere Kosten als die des Aufpumpens wieder; bei anderen Denitrirungsvorrichtungen kommen die Kosten des Eindampfens dazu. Häufig findet man die nöthige Quantität von Absorptionssäure geringer angegeben, z. B. auf ein Drittel der Gesammtproduction; dies ist aber in den meisten Fällen sicher ungenügend, und es muß dadurch ein großer Verlust an Salpeter entstehen. Umgekehrt lassen manche Fabriken, welche mit Gloverthurm arbeiten, also abgesehen von den unbedeutenden Hebekosten gar keine Eindampfungskosten haben, ihre ganze Säuremenge täglich einmal durch den Gay-Lussacthurm gehen. Dies ist auch ganz in der Ordnung. Bode berechnet in seiner Schrift über den Gloverthurm (S. 49), daß man bei einem Verbrauche von 4 Thln. Salpeter oder 1,75 N_2O_3 auf 100 Thle. Säure von 66° zur Absorption desselben mindestens 56 Proc. aller gebildeten Schwefelsäure von 60° braucht, wenn man ganz gesättigte (1,75 N_2O_3 enthaltende) Nitrose darstellen wolle. So starke Nitrose erhält man aber im gewöhnlichen Betriebe nicht, und muß also erheblich mehr als 56 Proc. der erzeugten Säure durch den

Gay-Luſſacthurm fließen laſſen, wenn man nicht Salpeter verlieren will. In der That ſchicken manche Fabriken viel mehr als ihre Tagesproduction durch den Gloverthurm; doch kommt man in einigen der beſten mit vier Fünfteln oder fünf Sechſteln der Tagesproduction aus. Natürlich hängt alles von der Art des Kammerbetriebes ab. Bei dem gewöhnlichen Betriebe mit etwa 1,2 cbm Kammerraum auf 1 kg Schwefel in 24 Stunden iſt die genannte Menge vollkommen genügend; aber der in Frankreich zuweilen angewandte Intenſivbetrieb, wo nicht viel mehr als die Hälfte des erwähnten Kammerraumes vorhanden iſt, kann nur mit Hilfe eines großen Umlaufes von Salpeter durchgeführt werden, und in dieſem Falle muß zwei oder mehrere Male Säure, als die Tagesproduction beträgt, durch den Gay-Luſſacthurm gehen. Ich kenne ſogar aus erſter Quelle zwei derſelben Firma gehörige Fabriken, welche ihre drei- bis vierfache Tagesproduction durch den Gay-Luſſacthurm ſchicken, und zwar bei dem gewöhnlichen Kammerraume von 1,2 cbm. Aber es ſcheint zweifelhaft, ob eine ſolche ungeheure Menge von Säure in den Thürmen von Vortheil iſt, wenn man die vermehrten Koſten des Pumpens und die Wirkung des Koks auf die Säure (S. 148) in Betracht zieht. Anderwärts fand ich, daß man das $1\frac{1}{4}$- bis $1\frac{1}{2}$fache der Tagesproduction durch den Gay-Luſſacthurm gehen ließ u. ſ. f.

Die Nitroſe, d. h. die am Fuße des Gay-Luſſacthurmes herauskommende Säure, ſoll nur etwa $\frac{1}{2}{}^0$ B. ſchwächer ſein, als die oben aufgegebene „ſtarke“ Säure; anderenfalls iſt zu viel Feuchtigkeit in den Thurm gelangt. Dies gilt für den gewöhnlichen Fall, wo reichlicher Kammerraum vorhanden iſt und die Schwefelſäure faſt vollſtändig in der letzten Kammer condenſirt wird. Dann wird natürlich die immer noch in den Austrittsgaſen vorhandene Feuchtigkeit von der ſtärkeren Säure im Gay-Luſſacthurme abſorbirt, und die Nitroſe entſprechend ein wenig ſchwächer. Aber bei dem franzöſiſchen „Intenſivbetriebe“ enthält das Austrittsgas noch eine erhebliche Menge von Säure in Nebelform, welche erſt im Gay-Luſſacthurme zurückgehalten wird und im Verein mit der zurückgehaltenen Nitroſylſchwefelſäure die Nitroſe etwas ſtärker als zum Speiſen des Thurmes dienende Säure macht.

Bei richtiger Behandlung ſoll die Nitroſe nur wenig gefärbt ſein und nur ganz ſchwach nach ſalpetriger Säure riechen; aber beim Verdünnen mit Waſſer, beſonders mit warmem, ſoll ſie lebhaft ſchäumen und dicke, rothe Dämpfe ausgeben. In manchen Fabriken begnügt man ſich wohl mit dieſem rohen Kennzeichen, um die Güte der Nitroſe kennen zu lernen; in allen beſſeren Fabriken aber unterwirft man ſie einer wirklichen Laboratoriumsunterſuchung, am beſten und ſchnellſten nach der auf S. 163 ff. beſchriebenen Chamäleonmethode, hin und wieder zur Sicherheit zu ergänzen durch die nitrometriſche Methode (S. 168); mit Hilfe derſelben kann man von Tage zu Tage ſehen, ob der Gehalt an Salpeterverbindungen zu- oder abnimmt. Im erſteren Falle wird man, bei ſonſt damit übereinſtimmenden Kennzeichen des Kammerganges, einen Anhaltspunkt dafür bekommen, daß man etwas Salpeter abbrechen kann; im zweiten Falle aber wird man früher als auf irgend einem anderen Wege entdecken können, wenn es an Salpeter zu mangeln beginnt, und den Fehler verbeſſern können, ehe irgend ein Schaden dadurch geſchehen iſt. Jedenfalls ſollte der Gehalt der Nitroſe nie

unter 1 Proc. N_2O_3 betragen; über $2^1/_2$ iſt ſie auch wieder zu ſtark, und liegt die Gefahr vor, daß unabſorbirtes Salpetergas entweicht, was eben durch die Farbe der zweiten Laterne controlirt wird. In dieſem Falle muß man mehr concentrirte Säure oben aufgeben, und, wenn Ueberfluß an Salpetergaſen im Kammerſyſtem iſt, etwas weniger Salpeter reſp. Salpeterſäure verwenden. Selbſtredend wird da, wo man mit ungewöhnlich großen Mengen von Säure im Gay-Luſſacthurme arbeitet (a. v. S.), der Procentgehalt derſelben an N_2O_3 weit geringer als unter gewöhnlichen Umſtänden ſein und dann auch erheblich unter 1 Proc. ſinken können.

Die Gay-Luſſacſäure oder „Nitroſe“ iſt im Weſentlichen eine Auflöſung von Nitroſylſchwefelſäure (Kammerkryſtallen) in Schwefelſäure. Früher glaubte man, daß ſie regelmäßig etwas Stickſtofftetroxyd (Unterſalpeterſäure) oder Salpeterſäure enthalte (Winkler, Kolb, Hurter, Davis); aber dieſe Annahme wurde nur durch die Unvollkommenheit der früher angewendeten analytiſchen Methoden veranlaßt, bei denen während der Analyſe ſelbſt Salpeterſäure gebildet wurde. Das Gegentheil, nämlich daß gewöhnliche Nitroſe keine irgend in Betracht kommende Menge von Salpeterſäure enthält, iſt zuerſt von mir nachgewieſen, und von mehreren ſpäteren Beobachtern vollkommen beſtätigt worden. Dies iſt ſelbſt dann noch der Fall, wenn, ſei es abſichtlich, wie bei Lunge und Naef's Verſuchen, oder durch Unachtſamkeit, ſo viel Salpeter eingeführt worden iſt, daß die letzte Kammer etwas Unterſalpeterſäure enthält (Chem. Ind. 1884, S. 10). Wir haben ſchon früher (S. 148) geſehen, daß dies unzweifelhaft der reducirenden Wirkung der Koksfüllung im Gay-Luſſacthurme auf die aus den urſprünglich vorhandenen N_2O_4 gebildete Salpeterſäure zuzuſchreiben iſt. Bei mit nicht reducirender Füllung verſehenen Thürmen würde man vermuthlich weit öfter ſalpeterſäurehaltige Nitroſe finden; aber bei Koksthürmen und bei der in allen deutſchen und engliſchen, früher auch in allen franzöſiſchen Fabriken üblichen Betriebsweiſe iſt es gerade eines der Anzeichen für regelmäßigen Gang, wenn keine Salpeterſäure in der Nitroſe auftritt. Vermuthlich iſt dies doch anders bei dem franzöſiſchen „Intenſivbetriebe“, wo die Kammern beinahe doppelt ſo viel Säure als ſonſt machen müſſen, mit Hilfe eines großen Ueberſchuſſes von Salpeter, welcher aber in Folge der Anwendung von entſprechend großen Gay-Luſſacthürmen ſchließlich ebenſo gut wie ſonſt wiedergewonnen wird. Bei dieſem Betriebe nämlich muß nothwendigerweiſe, wie aus den oben (S. 445) beſchriebenen Unterſuchungen von Lunge und Naef hervorgeht, in der letzten Kammer ein großer Ueberſchuß von Stickſtofftetroxyd vorhanden ſein, welcher dann doch durch den Koks nicht vollſtändig zu N_2O_3 reducirt werden kann, und daher wird die Nitroſe jedenfalls etwas Salpeterſäure enthalten.

Ein ſehr eigenthümlicher Irrthum hat viele Jahre lang ſowohl in allen Veröffentlichungen über dieſen Gegenſtand, als auch in den Ideen aller derer beſtanden, welche ſich praktiſch mit der Schwefelſäurefabrikation beſchäftigen und den chemiſchen Vorgängen dabei Aufmerkſamkeit ſchenkten. Dies iſt der Irrthum, daß das Stickſtofftetroxyd (Unterſalpeterſäure), N_2O_4, nur eine „loſe“ Verbindung mit Schwefelſäure von der zum Betriebe des Gay-Luſſacthurmes angewendeten Concentration eingehe, und daß deshalb in dem Thurme ſehr wenig N_2O_4 ab-

sorbirt werde, wenn es nicht daselbst durch SO_2 zu N_2O_3 reducirt wurde. Diese irrige Annahme, in Verbindung mit dem weiteren Irrthume, daß die Salpetergase in den Kammern wesentlich aus N_2O_4 bestünden, und der richtigen Bemerkung, daß die Nitrose aus dem Gay-Lussacthurme nur N_2O_3 enthält, hat die Erfindung von Brivet, Lasne und Benker (Deutsch. Pat. Nr. 17154) veranlaßt, wonach in das Austrittsgas auf dem Wege von der letzten Kammer zum Gay-Lussacthurme eine gewisse Menge von Pyritofengas mittelst eines Dampfinjectors eingeführt wird. Der damit in das Ofengas eingeführte Ueberschuß von Feuchtigkeit wird mittelst eines mit Gloverthurmsäure gespeisten kleinen Koksthurmes weggenommen, und das Gas nun mit dem Kammeraustrittsgase vor dem Eintritt in den Gay-Lussacthurm gemengt. Dabei wurde angenommen, daß das N_2O_4 zu N_2O_3 reducirt würde:

$$N_2O_4 + SO_2 + H_2SO_4 = 2SO_5NH.$$

Das würde auch sicher eintreten, wenn merkliche Mengen von N_2O_4 in normalen Austrittsgasen vorkämen, was aber bei gewöhnlichem Betriebe nicht, und nur bei „Intensivbetrieb“ der Fall ist, wie wir eben gesehen haben. Ich habe aber außerdem mit Bestimmtheit nachgewiesen (Berl. Ber. 1882, S. 488), daß gar kein Boden für die jenem Patente zu Grunde liegende Ansicht besteht, vor Allem für die Annahme, daß sich N_2O_4 nicht leicht und vollständig in 60grädiger Schwefelsäure (= 71° D.) auflöse. In der That sind auch die ersten, günstig lautenden Berichte über jenes Patentverfahren durch spätere Berichte nicht bestätigt worden, und muß man daran festhalten, daß bei richtiger Kammerführung das erwähnte Verfahren keinen Vortheil gewährt.

Das Gelingen der Arbeit mit dem Gay-Lussacthurme hängt vor Allem auch von richtiger Regulirung des Zuges ab. Arbeitet man mit zu wenig Zug, so wird von vornherein der Kammerbetrieb durch das fortwährende Ausblasen von Gas und durch alle die früher erwähnten dabei auftretenden Nachtheile, namentlich auch durch das Verhalten des Pyrits in den Brennern, geschädigt werden. Aber auch der Gay-Lussacthurm selbst wird dann nicht ordentlich arbeiten; denn wenn es an Sauerstoff in der letzten Kammer vor dem Austritte der Gase fehlt, so wird noch Stickoxyd vorhanden sein, welches sich nicht höher oxydiren kann, und unabsorbirt durch den Thurm geht, um dann erst beim Austritt in die äußere Luft rothe Dämpfe zu bilden. Daneben aber wird in diesem Falle noch schweflige Säure vorhanden sein, und diese wirkt noch schlimmer, indem sie auf die noch vorhandene Nitrosylschwefelsäure in der Säure, mit welcher die Koks in dem Thurme getränkt sind, zersetzend wirkt und ihre Stickstoffverbindungen ebenfalls als Stickoxyd fortführt. Bei dem früher oft betonten Gehalte der Austrittsgase von 5 bis 6 Proc. Sauerstoff kann dies nicht in irgend erheblichem Maße vorkommen, außer bei Gegenwart von viel arseniger Säure, wie Manche behaupten.

Wenn auf der anderen Seite zu viel Zug vorhanden ist, also bei armen Röstgasen, so wird die schweflige Säure nicht Zeit haben, sich in den Kammern als Schwefelsäure zu condensiren, sie wird zum Theil noch in den Thurm gelangen, und daselbst die eben erwähnte Zersetzung und Verlust der Nitrose hervorrufen.

In beiden Fällen wird alſo ganz dieſelbe Erſcheinung eintreten, als ob die letzte Kammer keinen Ueberſchuß an Salpetergaſen enthielte, und wenn man mit dem Salpeter zu ſehr geizt, ſo wird man ihn in der That auf die eben beſchriebene Weiſe erſt recht verlieren, indem die ſchweflige Säure den Stickſtoff der Nitroſe als Stickoxyd in die Luft jagt.

Ein ſolcher, natürlich ganz fehlerhafter Gang des Thurmes wird ſich ankündigen durch das Entweichen von rothen Dämpfen aus dem Schornſteine, durch die Analyſe der Nitroſe, und ſchon durch deren Ausſehen, indem die ſonſt ganz oder faſt farbloſe Flüſſigkeit dunkelviolett bis zur Undurchſichtigkeit wird und ſich mit zahlloſen kleinen Bläschen von Stickoxyd ausgefüllt findet, wobei durch Schwefelſäurebildung ſtarke Erwärmung ſtattfindet (Bode, Anmerkung zu H. A. Smith's Chemie d. Schwefelſäurefabrikation, S. 122). Das Schlimmſte iſt alſo, wenn man abwechſelnd ſchweflige Säure in den Gay-Luſſacapparat gelangen läßt und wieder nicht. Es kann ſich dann ebenſo abwechſelnd nitroſe Schwefelſäure bilden und wieder zerlegt werden; bei conſtantem Zutritt von zu viel ſchwefliger Säure in den Thurm kommt es aber gar nicht mehr zu einer Abſorption von Salpetergaſen, und in dieſem Falle iſt der Thurm nicht mehr ein Abſorptionsapparat, ſondern einfach eine Fortſetzung des Kammerraumes (Bode, a. a. O. S. 124). Man ſieht daraus, wie Bode mit Recht ſagt, daß in dieſem Falle die eine Vervollkommnung, die Wiedergewinnung der ſalpetrigen Säure, mit Nothwendigkeit die andere nach ſich ziehen mußte, nämlich beſſere Condenſation der ſchwefligen Säure, oder beſſeres Ausbringen auf den Schwefel.

Crowder (Journ. Soc. Chem. Ind. 1891, p. 303) giebt eine lange Tabelle über Durchſchnittsgehalte der Kammeraustrittsgaſe an ſauren Beſtandtheilen vor und hinter dem Gay-Luſſacthurme. Beim Eintritt in den Thurm enthalten ſie danach an Säuren des Schwefels und Stickſtoffes, alles berechnet $= SO_3$, 7 bis 9,3, beim Austritt 2,3 bis 4,6 g pro Cubikmeter. Wenn die Eintrittsgaſe mehr als obigen Betrag an Säuren enthalten, ſo zeigt dies an, daß ſchweflige Säure dabei iſt, welche auf die Nitroſe im Thurme reducirend einwirkt und Verluſt an Salpeter verurſacht. Im Princip iſt dies ja richtig; aber es iſt gar nicht daran zu denken, beſtimmte, für alle Fälle giltige Grenzwerthe aufzuſtellen, um ſo mehr, als die Geſammtacidität, welche Crowder ermittelt hat, gar nichts darüber ausſagt, was das Verhältniß zwiſchen Schwefeldioxyd, nebelförmiger Schwefelſäure und Stickſtoffſäuren iſt, von denen doch nur das SO_2 in dem angegebenen Sinne wirken kann.

Crowder bemerkte ferner ganz conſtant, daß der Sauerſtoffgehalt des Gaſes beim Austritt aus dem Thurme etwas höher als beim Eintritt iſt; die Unterſchiede bewegen ſich zwiſchen 0,08 und 0,54 Proc. Er will dies auf völlig unzuläſſige Weiſe erklären, nämlich dadurch, daß in Folge des Verſchwindens von SO_2 im Gay-Luſſacthurme das Gasvolum kleiner und damit der Sauerſtoffgehalt relativer größer werde; vielleicht auch durch „irgend welche Zerſetzung der Stickſtoffoxyde“. Er überſieht dabei, daß das Verſchwinden des SO_2, alſo Bildung von H_2SO_4, im Gegentheil mit gleichzeitigem Verſchwinden von Sauerſtoff verbunden ſein wird, daß ebenſo auch keine Sauerſtoff liefernde, ſondern nur Sauerſtoff verbrauchende Reactionen von Stickſtoffoxyden im Thurme denkbar

sind, und daß überhaupt sämmtliche hier in Betracht kommende Vorgänge bei dem ungemein geringen Betrage der Säuren im Austrittsgase in seinen Gasanalysen, welche sicher in den Zehntelprocenten schon ganz ungenau waren, keineswegs zum Ausdruck kommen können. Ich bezweifle nicht, daß gerade die von Crowder abgelehnte Erklärung seiner Beobachtungen die richtige ist: daß nämlich ein wenig Luft in das Abzugsrohr aus seinem Gay-Lussacthurme eingesaugt wird. Wenn man bedenkt, ein wie starkes Zughinderniß ein solcher Thurm ist, und daß der negative Druck (die Saugkraft) hinter demselben ein Vielfaches von demjenigen vor dem Eintritt in den Thurm sein muß, um den Durchtritt der Gase zu erzwingen, so begreift man, daß durch die kleinsten Undichtheiten, ja zuweilen schon durch die hydraulischen Verschlüsse der Speisevorrichtung Luft in das Austrittsrohr eingesaugt werden muß.

Behandlung der aus dem Gay-Lussacthurme austretenden Gase.

An manchen Orten werden diese noch durch einen kleinen Koksthurm mit Wasser gewaschen, was namentlich die gelben Dämpfe zurückhält und immerhin einen kleinen Gewinn an Salpeter bringen wird, um so mehr als die Regenerirung von Salpetersäure aus Stickoxyd, Luft und Wasser durch Ueberschuß des letzteren sehr gefördert wird.

Es scheint mir deshalb ganz denkbar, daß das trotz des Sauerstoffüberschusses unoxydirt durch den Gay-Lussacthurm streichende Stickoxydgas besser zurückgehalten wird, wenn auf das Waschen mit Schwefelsäure noch ein solches mit Wasser folgt; Luftüberschuß wird wohl stets genügend vorhanden sein. Die hier gebildete, natürlich sehr dünne Säure wird man jedenfalls auf den Gloverthurm aufgeben. Man wird dieses letzte Waschen der Gase wohl am besten in einem kleinen „Plattenthurme“ (S. 351, 498) vornehmen, wo die reducirende Wirkung des Koks ganz ausgeschlossen ist.

Viel complicirter und kaum lohnend dürfte der Vorschlag von Mitarnowski und Benker sein (Franz. Pat. Nr. 212989; Monit. Scient. 1892, p. 17), diese Gase durch eine Lösung von Ferrisulfat gehen zu lassen, um sowohl NO als SO_2 zurückzuhalten. Ersteres soll später durch Kochen ausgetrieben und nutzbar gemacht werden, während die SO_2 in Schwefelsäure übergeht (mit der man aber wohl unter diesen Umständen nichts anfangen kann). Oder aber man soll die Gase durch eine mit granulirtem Kupfer beschickte und mit Wasser berieselte Colonne gehen lassen, um Kupfervitriol zu bilden, also ein längst bekanntes, aber bei so verdünnten Gasen schwerlich lohnendes Verfahren.

Anderweitige Methoden zur Wiedergewinnung des Salpeters.

Nur der Vollständigkeit wegen sei es hier erwähnt, daß mehrere andere Methoden vorgeschlagen worden sind, um die aus den Kammern entweichenden Salpetergase zu verwerthen; keine einzige derselben hat je viel praktischen Werth besessen und man kann ihnen kaum historischen Werth zusprechen, da sie immer nur ganz vereinzelt angewendet worden sind. So hat z. B. Kuhlmann

dreißig Woulff'ſche Flaſchen angewendet, wovon die erſten zehn mit Waſſer, die zweiten zehn mit einer Löſung von Bariumnitrat und die dritten zehn mit in Waſſer aufgeſchwemmtem Witheritmehl gefüllt waren; die aus den letzten zehn reſultirende Menge wird in den zweiten zehn verwendet, wo ſich Permanentweiß niederſchlägt. Andere haben Kalkmilch oder Ammoniakwaſſer zur Abſorption der ſauren Dämpfe verwendet; noch andere bloßes Waſſer. Alle dieſe Mittel ſind viel weniger vortheilhaft oder vollſtändig als das Gay-Luſſac'ſche Verfahren, ſo daß ſie mit dieſem durchaus nicht concurriren können.

G. Wachtel (Dingl. polyt. Journ. **245**, 517) wollte die Austrittsgaſe mittelſt eines Körting'ſchen Injectors durch eine glühende Eiſen- oder Thonretorte, welche mit Eiſenbohrſpänen gefüllt iſt, treiben. Hier ſollten ſich die Salpetergaſe zu Ammoniak reduciren, welches dann durch Salzſäure oder Salpeterſäure abſorbirt werden ſollte. Vermuthlich hat ſich Niemand zu einem praktiſchen Verſuche mit dieſem merkwürdigen Vorſchlage hergegeben.

Denitrirung der Nitroſe.

Die Operation, welche in dem Gay-Luſſacthurme, oder in den gleiche Function ausübenden Apparaten vor ſich geht, und deren Endreſultat die Bildung einer mit Salpeterverbindungen mehr oder weniger reich beladenen Schwefelſäure, der „Nitroſe", iſt, braucht als nothwendige Ergänzung eine andere, durch welche die an und für ſich unverwerthbare Nitroſe wieder in den Kammerproceß eingeführt wird, um ſowohl die von ihr abſorbirten Stickſtoffverbindungen wieder auszunutzen, als auch die urſprünglich zur Abſorption verwendete Schwefelſäure wieder im reinen Zuſtande zurückzuerhalten. Es läßt ſich nicht leugnen, daß Gay-Luſſac ſeine für die Schwefelſäurefabrikation ſo nützlich gewordene Erfindung in dieſem Punkte nicht mit genügendem Erfolge vervollſtändigt hat, und es iſt mehr als wahrſcheinlich, daß die langſame Ausbreitung ſeines Verfahrens, ja das gar nicht ſeltene Wiederaufgeben deſſelben, wo es ſchon eingeführt war, weſentlich darauf zurückzuführen ſind, daß das Denitriren der Nitroſe zu große Schwierigkeiten, Koſten und Beſchädigung von Apparaten verurſachte. Die Erfindung des Gloverthurmes, welcher alles dieſes beſeitigt, muß daher als faſt ebenſo wichtig als die des Gay-Luſſacthurmes angeſehen werden, und in der That datirt die allgemeine Einführung des letzteren erſt von der Zeit, als ihn die Fabrikanten mit dem Gloverthurme combiniren konnten.

Die verſchiedenen Apparate zur Denitrirung der Nitroſe ſind von Fr. Bode in ſeiner im Jahre 1876 von dem Verein für Beförderung des Gewerbfleißes in Preußen gekrönten Preisſchrift: „Ueber den Gloverthurm" eingehend und gründlich beſchrieben und kritiſirt worden, und es iſt im Folgenden Bode's Preisſchrift vielfach benutzt worden. Der weſentliche Inhalt derſelben iſt auch ſpäter in Dingl. polyt. Journ. **223** bis **225** veröffentlicht worden.

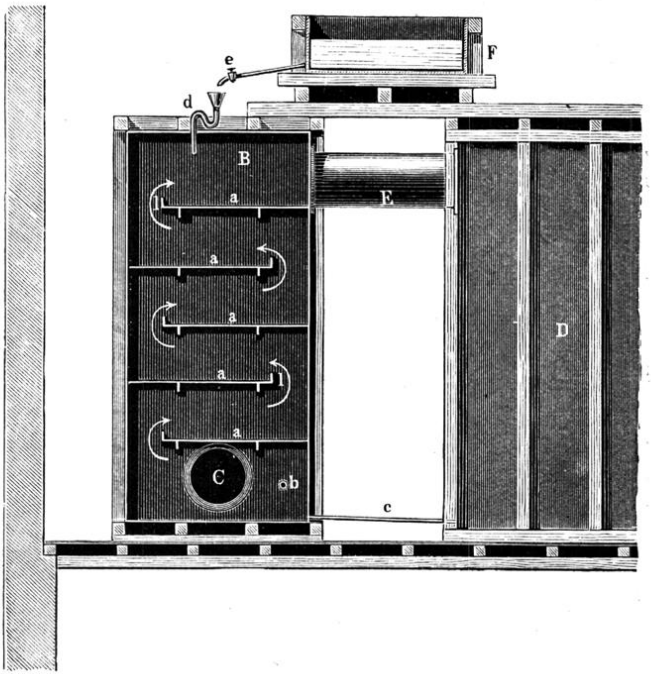
Die Methoden zur Denitrirung der Nitroſe gründen ſich einestheils entweder auf Verdünnung derſelben mit heißem Waſſer, oder mit Dampf, oder mit beiden zugleich; anderentheils auf die Wirkung der ſchwefligen Säure, meiſt combinirt mit einer gewiſſen Verdünnung. Daß dabei die Nitroſylſchwefelſäure ſtets

zerſetzt wird, ſei es durch Verdünnung oder durch Einwirkung der ſchwefligen Säure, iſt aus den früher ausführlich mitgetheilten theoretiſchen Unterſuchungen über dieſelbe zu entnehmen. Hier handelt es ſich aber um die in der Praxis dazu verwendeten Apparate und Verfahrungsweiſen.

Einer der älteſten Apparate findet ſich in Payen's Chimie industrielle, und iſt daraus auch in die meiſten deutſchen Lehrbücher übergegangen. Man kann ihn einen „Etagenapparat“ nennen. Derſelbe iſt auch bei Schwarzenberg S. 392 abgebildet und beſchrieben, und zwar wie folgt:

„Dieſe Operation kann in einer kleinen Bleikammer ausgeführt werden, deren ſenkrechter Durchſchnitt in Fig. 235 mit *B* bezeichnet iſt. Die Doppelſäure (Nitroſe)

Fig. 235.



wird zunächſt in den über der Kammer aufgeſtellten Behälter *F* eingebracht, und gelangt aus demſelben durch den Hahn *e*, welcher zur Regulirung des Abfluſſes dient, und durch das gebogene, oben trichterförmig erweiterte Rohr *d* in die Kammer, die mit horizontalen Bleitafeln *a* verſehen iſt, über welche die Säure herabfließt. Dieſe Tafeln ſind an drei Seiten mit dem Blei der Kammer zuſammengeſchmolzen, und an der vierten Seite, wo die Säure abfließt, iſt ein niedriger Rand *l* aufgebogen, um eine etwa 0,1 m hohe Schicht von Flüſſigkeit zurückzuhalten.

Die Gaſe ſtrömen unmittelbar aus dem Schwefelofen in die kleine Kammer, wenig über dem Boden derſelben, durch das Rohr *C* ein, neben welchem bei *b* der

erforderliche Waſſerdampf zugeführt wird. Derſelbe zerſetzt die auf den Tafeln *a* befindliche Flüſſigkeit, über deren Oberfläche er hinwegſtreicht, indem er mit den Gaſen aufſteigt. Oben angelangt, ſtrömt das Gasgemenge mit der entbundenen ſalpetrigen Säure durch das Rohr *E* in die große Bleikammer *D*, während die von der ſalpetrigen Säure befreite Schwefelſäure durch das Rohr *c* in das Baſſin dieſer Kammer abfließt.“

Eine andere Form, aber ganz genau demſelben Principe entſprechend, iſt der von Gay-Luſſac ſelbſt herrührende „Denitrificateur“. Es iſt ein im Grundriſſe quadratiſcher oder kreisförmiger Thurm aus Bleiblech, etwas über dem Boden mit einem Roſte verſehen und darüber mit Koks gefüllt. Die Nitroſe läuft oben durch eine Brauſe vertheilt ein; unter dem Roſte ſtrömen die Gaſe der Schwefel- oder Pyritöfen ein und begegnen der herabtropfenden Nitroſe; zugleich ſtrömt entweder noch Waſſerdampf beſonders ein, oder die Gaſe werden doch vorher durch mit Waſſer gefüllte Tröge geführt, wobei ſie ebenfalls reichlich Waſſer aufnehmen mußten.

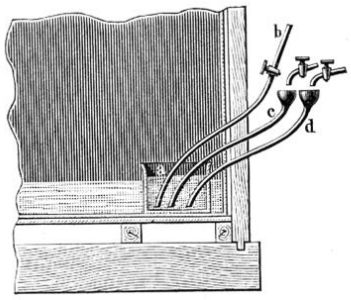
In dieſen Apparaten wirkte alſo die Verdünnung durch den Waſſerdampf und die ſchweflige Säure zu gleicher Zeit denitrirend ein, und die Säure ſoll unten vollſtändig von Stickſtoffverbindungen befreit ankommen, freilich ſo verdünnt, daß man ſie nur in die Kammer fließen laſſen kann. Solche Apparate ſind wohl nirgends mehr am Leben zu finden, und zwar aus guten Gründen. Da die Säure in ihnen doch ebenſo verdünnt wird, wie bei der Denitrirung mit heißem Waſſer oder Dampf allein, ſo haben ſie vor dieſer gar keinen Vorzug, und in der That wurden ſie auch zunächſt durch die letzteren beiden Verfahren verdrängt. Dagegen haben die eben beſchriebenen Apparate den Nachtheil, daß ſie außerordentlich wenig dauerhaft ſind, wegen der ſtarken Abnutzung des Bleies. Dieſe iſt ſchon bei den Vorkammern (Tambours) ungemein ſtark, und ſelbſt unter den beſten Umſtänden, bei Anwendung des Gloverthurmes und einer ganz großen erſten Kammer, auch in dieſer noch ſo merklich, daß man ſie von ſtärkerem Blei als die folgenden Kammern machen muß, wenn ſie ebenſo lange als dieſe dauern ſoll. Die Schuld daran tragen eben theilweiſe die Hitze der Gaſe, theilweiſe die Salpeterverbindungen ſelbſt. Um wieviel mehr das aber in einer ganz kleinen Vorkammer, wie ſie der Etagenapparat oder der Gay-Luſſac'ſche Denitrificateur vorſtellt, der Fall ſein mußte, leuchtet ein. Das Schlimmſte iſt aber in dieſen, daß der dabei immer eingeführte Waſſerdampf nothwendig zur Condenſation von ganz verdünnter, ſalpeterſäurehaltiger Schwefelſäure an den Wänden des Apparates führen und das Blei dabei ſehr raſch angegriffen werden mußte.

Bode macht noch auf einen anderen, ſehr wichtigen Umſtand aufmerkſam. Bei der Kleinheit der als Etagenapparat oder Denitrificateur dienenden Kammer müſſen ſich Wechſel im Kammergange, in der Zuſammenſetzung der Röſtgaſe, der Zufuhr des Waſſerdampfes, der äußeren Lufttemperatur u. ſ. f. darin ungemein ſtärker fühlbar machen, als in einer großen Bleikammer. Es wird daher zu Zeiten eine ſtärkere, nitroſe Schwefelſäure die Wände benetzen, während gleich darauf durch vermehrte Condenſation von Waſſer dieſelbe verdünnt und dann ſalpeterſäurehaltig wird. Wie jedem Praktiker vollkommen bekannt, iſt das Innere einer im Gange befindlichen Bleikammer immer mit einem weißen, ſchmierigen

Ueberzuge von Bleiſulfat bedeckt, welcher Säure mechaniſch aufgeſaugt enthält, aber zugleich das Blei vor weiterer Einwirkung ſchützt, bis, wenn eine Verdünnung derſelben durch condenſirten Waſſerdampf eintritt, ſich Gaſe darin entwickeln, den Zuſammenhang des Bleiſchlammes lockern und ſeine Abſpülung bewirken, worauf das Blei einem friſchen Angriffe viel mehr ausgeſetzt iſt. Die älteren Apparate zur Denitrirung verfielen alſo zu ſchneller Zerſtörung, weil ſie ſich eines Zuviels in den angewendeten Mitteln, nämlich gleichzeitiger Anwendung von ſchwefliger Säure und Waſſerdampf, bedienten.

In England gingen die meiſten Fabrikanten darauf zur Verdünnung der Nitroſe in eigenen kleinen Käſten mit Waſſer und Dampf über, während man auf dem Continent mehr „Kochtrommeln“ und „Cascaden“ anwendete. Die engliſche Einrichtung, wie ſie früher ſehr allgemein war und erſt durch den Gloverthurm verdrängt worden iſt, zeigt Fig. 236. *a* iſt ein Bleigefäß, etwa 30 cm hoch und 45 cm weit, welches innerhalb der Bleikammer, und zwar in der Nähe der Einſtrömungsöffnung für die Röſtgaſe, ſteht. In dieſes tauchen drei Röhren *b*, *c* und *d*, welche durch die Kammerwand durchgehen und darin eingelöthet ſind; davon führt *b* Dampf, *c* Waſſer und *d* Nitroſe; die beiden letzteren enden in Trichter, in welche die Flüſſigkeiten einlaufen; der Dampf kommt vom Dampfkeſſel. Das Gefäß *a* wird erſt mit Waſſer gefüllt, dieſes dann durch den Dampf zum Kochen gebracht und nun Dampf, Waſſer und Nitroſe in ſolchen Verhältniſſen zulaufen gelaſſen, daß die letztere vollkommen denitrirt wird, ehe ſie aus dem Kaſten *a* überlaufen kann. Die Nähe des von den Kiesbrennern kommenden Gasſtromes wirkt darauf, daß die entweichenden Oxyde des Stickſtoffes ſich ſofort in die Kammer verbreiten und mit den anderen Gaſen miſchen, und verhindert zugleich einen Angriff des Bleies.

Fig. 236.



Vollkommener iſt die auf dem Continente gebräuchlichere Einrichtung der Denitrirung mit Hilfe von Cascaden ganz ähnlicher Art, wie ſie für die Einführung von flüſſiger Salpeterſäure oben S. 371 beſchrieben und abgebildet worden ſind, nur mit Hinzuziehung einer Vorrichtung zur Einführung von heißem Waſſer.

Die Säure ſoll, wenn ſie unten ankommt, höchſtens 51° B. (54,5° D.), beſſer aber nur 48° B. (50° D.) ſtark ſein, um ſich ihrer vollkommenen Denitrirung zu verſichern; genau daſſelbe gilt auch für die gleich zu beſchreibenden Kochtrommeln.

Die Denitrirung mit Hilfe von Dampf allein oder mit Dampf und nur ſehr wenig Waſſer geſchieht in den ſogenannten Kochtrommeln, von denen in Schwarzenberg's Werk, S. 393, eine der gebräuchlichſten Formen folgendermaßen beſchrieben worden iſt.

„Fig. 237 (a. f. S.) ſtellt eine Kochtrommel im Maßſtabe von $^1/_{25}$ der wirklichen Größe dar. In der Zeichnung erſcheint ein Stück der Wand der ganzen Höhe entlang herausgeſchnitten, um das Innere des Apparates ſichtbar zu machen. Derſelbe beſteht aus einem etwa 3,5 m hohen und 0,9 m weiten Cylinder, der auf einem ſolide gemauerten Sockel ſteht. Er iſt aus ſtarken Bleitafeln angefertigt und aus drei Stücken bei *a* und *b* zuſammengeſetzt, welche durch Schmelzung mittelſt einer Gasflamme verbunden ſind. Der Boden *A* iſt auf dieſelbe Weiſe mit dem Cylinder vereinigt. Vier ſtarke eiſerne Reife *c* dienen zur Vermehrung der Haltbarkeit. Um die Bleiwand gegen die zerſtörende Wirkung der heißen Säuren zu ſchützen, iſt dieſelbe mit einem Futter *B* aus hart gebrannten Thonſteinen verſehen, welche beſonders dazu paſſend geformt und geſchliffen ſind, damit ſie dicht an einander ſchließen. Die Fugen werden mit Brei, der aus feinem Thon angemacht iſt, verſtrichen. Oben iſt die Kochtrommel mit einer Scheibe *C* aus gebranntem Thon, welche auf dem Backſteinfutter ruht, dicht geſchloſſen. Im Mittelpunkte derſelben iſt das bleierne Speiſeröhrchen *D* eingeſteckt, durch welches die nitroſe Schwefelſäure zugeführt wird; ſein Trichter iſt mit einem Säureverſchluß, der ſchon früher beſchrieben wurde, verſehen. Neben dem Speiſeröhrchen iſt die Thonröhrenleitung *E* dicht in die Deckſcheibe eingeſetzt, durch welche die entwickelte ſalpetrige Säure in die Bleikammer geleitet wird. Zuweilen umgiebt man dieſe Röhrenleitung mit einem Ueberzuge aus gewalztem Blei, um die Störungen, welche durch Zerſpringen oder andere Beſchädigungen derſelben entſtehen können, zu vermeiden. Der Waſſerdampf wird durch das Rohr *F* in die Kochtrommel nahe über dem Boden in ſolcher Höhe eingeführt, daß die Mündung des Dampfrohres über der Schwefelſäure bleibt, welche ſich dort anſammelt. Dieſe Mündung iſt mit Backſteinen dergeſtalt umſtellt und überdeckt, daß gehörige Zwiſchenräume für den freien Durchgang des Dampfes und der Säure bleiben. Darüber ſind Quarzſtücke aufgeſchüttet, mit denen die Kochtrommel bis nahe unter die Decke gefüllt iſt. Dieſelben ſind unten etwa von der Größe einer Fauſt und nehmen nach oben bis zu Nußgröße ab. Anſtatt der Quarzſtücke gebraucht man in einigen Fabriken Scherben von hart gebrannten Thonwaaren.

Die oben einfließende nitroſe Schwefelſäure ſickert durch die Quarzſtücke herab und wird auf dieſem Wege von dem aufſteigenden Waſſerdampfe zerſetzt. Während die daraus entwickelte ſalpetrige Säure dampfförmig durch das Rohr *E* in die Bleikammer abzieht, gelangt die Schwefelſäure mit dem condenſirten Waſſer verdünnt auf den Boden der Kochtrommel und fließt durch das Rohr *G* in ein Reſervoir *H* ab. Das Abflußrohr iſt dergeſtalt gebogen, daß es durch Säure, welche darin bleibt, geſperrt wird.“

Nach Bode genügt dieſe (den königl. ſächſiſchen Hütten bei Freiberg entnommene) Kochtrommel für ein Syſtem, welches bis zu 125 Ctr. Schwefelſäure von 66° B. (84° D.) in 24 Stunden erzeugt. Ferner bemerkt er, daß der Boden des Cylinders nicht mit dem Bleiteller *A* vereinigt iſt, ſondern loſe in demſelben ſteht; auch ſagt er mit vollſtem Rechte, daß die das Futter bildenden Thonſteine in Theer gekocht und mit Theermörtel, nicht mit feinem Thon vereinigt ſein müſſen. Solcher feiner Thon kann ſogar nicht nur, wie Bode ſagt, ſich bald herauswaſchen, ſondern er kann leicht durch Bildung von Aluminium-

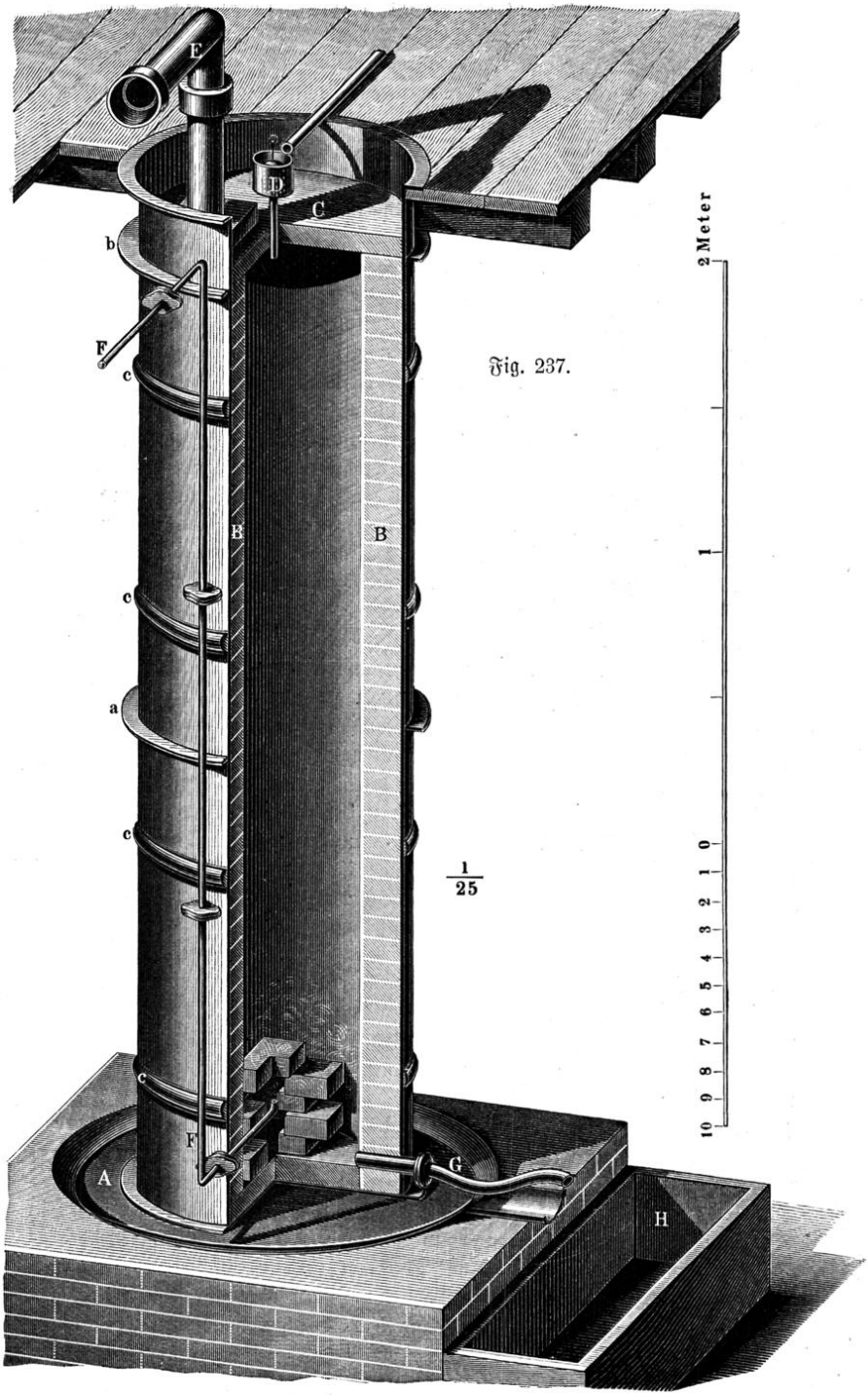
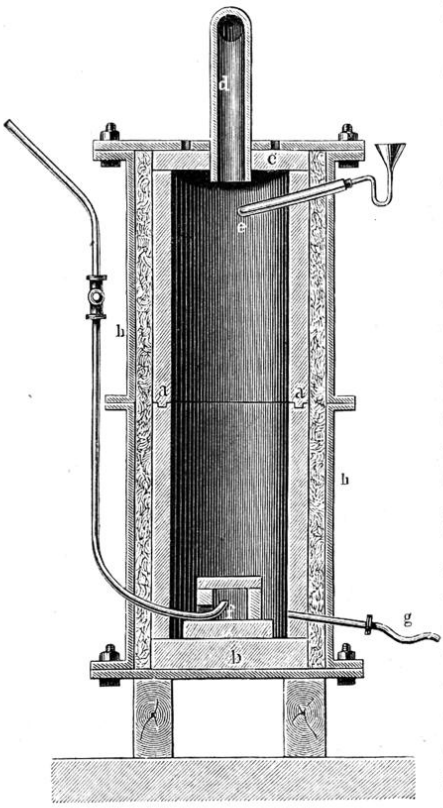


Fig. 237.

ſulfat aufſchwellen und den Deckel des Cylinders abheben. Der Theermörtel wird aus feinem Thonmehl durch Zuſammenkneten mit eingedicktem Theer dargeſtellt; das Ganze muß eine vollkommen homogene, plaſtiſche Maſſe darſtellen, was man in kleinerem Maßſtabe durch Schlagen mit einem Holzhammer, in größerem durch Mahlen unter einem Kollergange befördert.

In einer großen Fabrik bei Newcaſtle hatte man bis 1873 noch eine Kochtrommel, beſtehend aus einer gußeiſernen Röhre 0,9 m weit und 2,7 m hoch, ausgefüttert mit Blei, und dieſes wieder mit einem Futter von nur 50 mm dicken Ziegeln, gefüllt mit Feuerſteinbrocken; jetzt hat man dort Gloverthürme.

Fig. 238.



Auch ohne Bleimantel erbaut man Kochtrommeln, kann aber dann unmöglich irgendwie zuſammengefügtes Mauerwerk, ſondern nur ganze Stücke anwenden. Bode bildet eine ſolche von Dr. Gilbert in Hamburg ausgeführte ab, welche in Fig. 238 veranſchaulicht iſt; ihr lichter Durchmeſſer beträgt 40 cm, ihre Höhe 4 m. Sie beſteht aus zwei Gasretorten *aa*, welche an der Stoßfuge (nach Erwärmung derſelben) mit Asphalt gedichtet ſind. Der Boden *b* und der Deckel *c* werden von runden Chamotteplatten gebildet; in letzterem iſt eine Oeffnung für das Thonrohr *d* zum Abführen der Salpetergaſe und des überſchüſſigen Waſſerdampfes nach der Bleikammer. Die Nitroſe tritt bei *e*, der Waſſerdampf bei *f* ein und die denitrirte Schwefelſäure fließt bei *g* ab. Die Retorten ſind von den 13 mm ſtarken gußeiſernen Cylindern *hh* umgeben, welche unter einander und mit gußeiſernen Boden- und Deckplatten verſchraubt ſind; der 4 cm weite, zwiſchen Gußeiſen und Thon bleibende Zwiſchenraum wird mit geſchmolzenem Asphalt ausgefüllt; man muß eine Sorte von möglichſt hohem Schmelzpunkt nehmen. Die Trommel iſt mit Quarzbrocken gefüllt; die Mündung des Dampfrohres durch loſe darüber geſtellte Steine geſchützt. Der Apparat iſt fünf Jahre ohne Anſtand in Thätigkeit geweſen, und zwar für ein Syſtem, das in 24 Stunden 120 Ctr. engliſche Schwefelſäure erzeugte.

In anderen Fabriken macht man die Kochtrommeln viel kleiner, was jedenfalls auch genügt. In Wurtz' Dictionnaire de Chimie III, p. 157 iſt von

Scheurer-Kestner eine Kochtrommel aus einem Stücke Lava von 2 m Höhe und nur 0,2 m lichtem (bei 0,6 m äußerem) Durchmesser abgebildet, welche mit Flaschenscherben gefüllt ist; im Uebrigen bietet sie keine Besonderheiten.

Noch 1890 fand ich in einer Hamburger Fabrik Kochtrommeln folgender Construction. Ein weites Eisenrohr ist mit Ziegeln ausgekleidet; am Boden setzt es sich auf etwa 20 cm in einen Bleicylinder fort, der in eine als hydraulischer Verschluß dienende dicke Schale von gegossenem Blei eintaucht, gerade beim Eintritt des Dampfrohres. Die abfließende Säure zeigt 52° B. (56° D.) und ent-

Fig. 239.

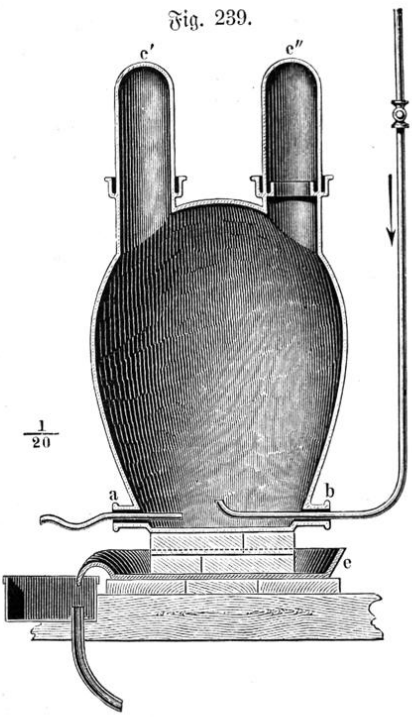
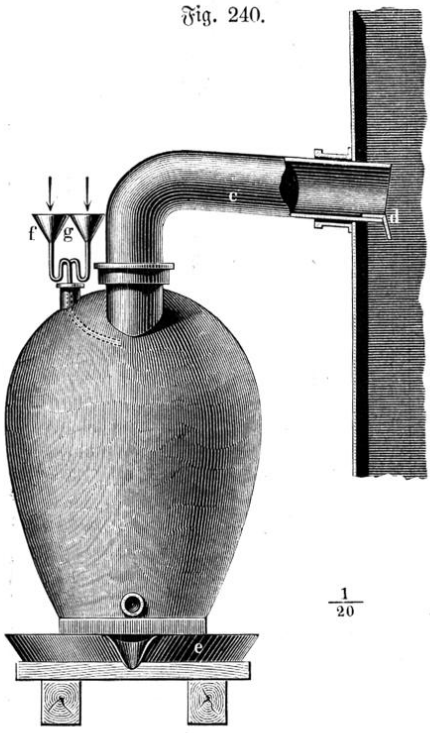


Fig. 240.



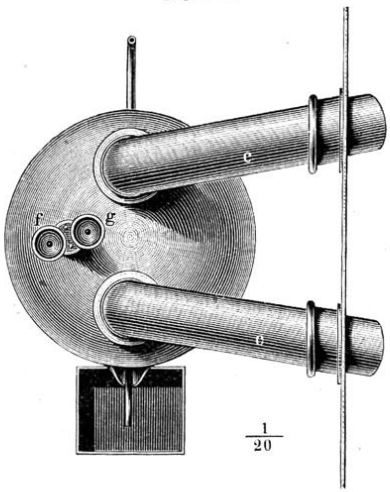
hält nur 0,05 Proc. N_2O_3 nebst 0,01 Proc. NO_3H, was recht günstig genannt werden muß.

Die einfachsten und billigsten Denitrificatoren sind nach Bode Thontöpfe von etwa 250 Liter Inhalt, wie sie in Fig. 239 bis 241 gezeichnet sind. Sie sind mit Quarzbrocken gefüllt; von den Bodenstutzen *a* und *b* dient der eine zum Ablauf der verdünnten Säure, der andere für das Dampfrohr; die Salpetergase entweichen durch die beiden Rohre *cc*, welche entweder mit Kitt eingedichtet sind (wie *c'*) oder hydraulischen Verschluß haben (wie *c''*); die Rohre *c* münden in Bleirohre aus, welche etwas Fall nach der Kammer haben. Der Topf steht in einer Thonschale *e* auf einem Sockel von hart gebrannten Thonsteinen; durch *f* tritt Nitrose, durch *g* allenfalls noch Wasser in den Topf. Findet man, daß ein

Topf nicht ausreicht, ſo kann man mit ſehr wenig Koſten einen zweiten dazu ſetzen. (Sie werden vermuthlich nicht lange dauern.)

Die erſte genaue Vergleichung der Kochtrommeln und Cascaden in Bezug auf ihre Koſten und Leiſtungen iſt jedenfalls von Bode in ſeiner Preisſchrift gemacht worden. Seine Schlüſſe ſind folgende: In der Anlage kommt eine wirkliche Kochtrommel am theuerſten, dann eine Cascade; am billigſten ſind die Kochtöpfe, ſelbſt wenn man mehrere anwenden muß. In den Kochtrommeln und Töpfen kann man vollſtändig denitriren, ſo daß die Säure keine Reaction mit Eiſenvitriol mehr giebt; mit den Cascaden kann man nicht ſo weit gehen; doch ſcheint der Salpeterverbrauch bei den letzteren auch nicht größer zu ſein. Bei den Kochtrommeln iſt der verwundbarſte Theil das Thonrohr, welches die Gaſe fortführt, bei den Cascaden das Verbindungsrohr zwiſchen den beiden Bleitöpfen. Bode führt es auch als einen Nachtheil der Kochtrommeln an, daß man die Säure aus denſelben wieder in die Kammern heben müſſe, weil ſie meiſt auf ebener Erde ſtänden; ich habe aber die Kochtrommeln in den von mir beſuchten Fabriken ſtets hoch genug aufgeſtellt geſehen, um die Säure aus ihnen direct in die Kammern fließen zu laſſen. Wenn man auch die Nitroſe zur Höhe der Kochtrommel heben muß, ſo wird dies auch nicht oder nur ganz unweſentlich höher, als für Cascaden ſein. Bode zieht im Ganzen die Kochtöpfe vor, wenn man auf den Gloverthurm verzichten will oder muß, ſtellt aber eine Bedingung, welcher ſehr ſchwer zu genügen iſt, nämlich daß man Töpfe aus einem Materiale zur Verfügung habe, welches der Hitze gut widerſtehe. Soweit meine Erfahrung reicht, habe ich nie Töpfe von 250 Liter Inhalt geſehen, welche der abwechſelnden Einwirkung der kalten Nitroſe und des Dampfes auf die Länge Stand halten könnten, und ich möchte keinem Fabrikanten anrathen, die bei einer ſolchen Fabrik gar nicht ins Gewicht fallenden Mehrkoſten zu ſcheuen, und nicht lieber ſehr vergängliche Thontöpfe, ſtatt eines dauernden, wenn auch nicht unverwüſtlichen Lava- oder Baſaltblockes und dergleichen anzuſchaffen; die kleinere, von Scheurer-Keſtner angegebene Dimenſion genügt dabei vollſtändig.

Fig. 241.



Die Koſten des Denitrirens in Kochtrommeln und auf Cascaden ſind von Bode (S. 48 ff.) berechnet worden, ſoweit dies bei den vielen in Betracht kommenden Umſtänden möglich iſt. Da man aber dabei ſo viele willkürliche Annahmen machen muß, daß die Reſultate auf wirklich vorkommende Fälle gar nicht angewendet werden können, ſo ſei nur bemerkt, daß nach Bode's Berechnungen das Denitriren in Kochtrommeln theurer als auf Cascaden iſt, wie man

es ſich von vornherein denken kann, weil man in den erſteren ziemlich viel Dampf braucht, auf den letzteren aber davon wenig oder nichts, wenn man mit heißem Condenſationswaſſer arbeitet. Viele Fabrikanten zogen dennoch die Kochtrommeln vor, weil bei dieſen die Denitrirungsarbeit viel mehr unter Controle ſteht, als bei den Cascaden, oder der Verdünnung im Kaſten, wie es auf S. 512 beſchrieben worden iſt. Auf der anderen Seite wurden in Oker (Bräunig, a. a. O. S. 141) die früher beſtandenen Kochtrommeln ſämmtlich wegen ihrer häufigen Reparaturbedürftigkeit abgeſchafft, und in den älteren Syſtemen durch Cascaden, in den acht neuen Syſtemen durch Gloverthürme erſetzt. Man bekam dort mit den Cascaden leicht noch eine ſalpeterſäurehaltige Schwefelſäure in den Vorkammern und hatte deshalb noch eine injectorartige Vorrichtung zum Einblaſen von Dampf angebracht, wodurch aber die Stärke der Säure in den Vorkammern auf 48° B. reducirt wurde.

In Freiberg werden noch Kochtrommeln zur Zerſetzung der Nitroſe angewendet und die friſche Salpeterſäure wird durch die S. 372, Fig. 168 gezeigten Cascaden eingeführt. Dies geſchieht, weil dort die Gaſe bis auf die äußere Lufttemperatur abgekühlt werden (S. 274, 431) und man annahm, daß hierbei ein Gloverthurm nicht mehr functioniren würde; aber es iſt fraglich, ob dieſe Meinung begründet iſt (ſ. u.).

Der Gloverthurm.

Der Apparat, welcher jetzt weit mehr angewendet wird als ſämmtliche übrige Denitrirungsapparate zuſammengenommen, überhaupt ſtets, wo nicht beſondere Verhältniſſe dem entgegenſtehen, iſt der ſogenannte Gloverthurm, welcher mit Fug und Recht in dieſes Capitel gehört, da ihn ſein Erfinder in erſter Linie zum Denitriren beſtimmt hatte, obwohl er ebenſo ſehr als Abkühlungs- und als Concentrirungsapparat beſchrieben werden könnte. Der Gloverthurm iſt von John Glover in Wallsend bei Newcaſtle-on-Tyne erfunden worden, wo ihn der Verfaſſer ſchon im Jahre 1865 in voller und erfolgreicher Arbeit ſah.

Nach perſönlichen Mittheilungen von Glover an den Verfaſſer hatte er ſeinen erſten Thurm ſchon 1859 in der Fabrik zu Waſhington bei Durham gebaut, und zwar aus Chamotteziegeln, und gefüllt mit einem Netzwerke aus dünnen Platten derſelben Materialien. Der Thurm hielt ſich $1^1/_2$ Jahre und es wurde durch ihn die Richtigkeit des Princips erwieſen. 1861 erbaute dann Glover daſelbſt einen Bleithurm, und als er in demſelben Jahre eine eigene Fabrik zu Wallsend gründete, baute er natürlich auch dort einen ſolchen Thurm, welcher 1863 bis 1864 arbeitete. Auf Grund der inzwiſchen gewonnenen Erfahrungen erbaute nun Glover 1864 einen dritten Thurm, welcher im Weſentlichen derſelbe iſt, wie er heute fungirt. Bis dahin hatten nur die nächſten Nachbaren den Thurm ebenfalls eingeführt, wobei zu bemerken iſt, daß der Erfinder ihn nicht nur nicht patentirt hatte, ſondern ihn auch ſeinen Amtsbrüdern ſtets mit großer Liberalität zeigte und erklärte. Trotzdem beging Einer oder der Andere der Fabrikanten am Tyne Mißgriffe in ſeiner Erbauung als vermeintliche Verbeſſerungen, welche kein günſtiges Reſultat hatten und wenigſtens an einem Orte

wieder zur Abſchaffung des Thurmes führten, obwohl er in derſelben Fabrik jetzt ebenfalls wieder fungirt. Erſt zwiſchen 1868 und 1870 wurde er von ſämmtlichen größeren und gut geleiteten Fabriken am Tyne eingeführt. Nach Lancaſhire kam der Thurm ſpäter, erſt um 1868, nach London 1870.

Bis zum Jahre 1871 war der Thurm, da nie etwas darüber publicirt worden war, außerhalb einiger engliſcher Fachkreiſe ganz unbekannt, bis der Verfaſſer einen Aufſatz darüber in Dingl. polyt. Journ. **201**, 341 ff. veröffentlichte, und dabei dem Apparate von vornherein den Namen Gloverthurm vindicirte, unter welchem er auch ſeitdem allgemein bekannt iſt. Die gegen den Thurm als Denitrirungsapparat (ſeine ausgezeichneten Functionen als Concentrations- reſp. Abkühlungsapparat ſind überhaupt nie bezweifelt worden) erhobenen Einwendungen ſind vollſtändig hinfällig geworden. Die erſten Bedenken von Bode (Dingl. polyt. Journ. **202**, 448) ſind nicht nur ſofort darauf vom Verfaſſer dieſes (ebend. **202**, 532) widerlegt, ſondern auch von Bode ſelbſt ſpäter zurückgenommen worden, und iſt Bode gerade einer der eifrigſten Erbauer und Vertheidiger des Gloverthurmes geworden. Auch die von McCulloch erhobenen Bedenken (Chem. News 1873, **27**, 135) ſind in derſelben Zeitſchrift S. 152 und 162 ſowohl von Glover ſelbſt als vom Verfaſſer dieſes und ſpäter von Bode in ſeiner Preisſchrift S. 5 widerlegt worden, und hat auch McCulloch ſelbſt ſpäter, als er die Arbeit mit dem Thurme praktiſch kennen lernte (was vorher nicht der Fall geweſen war), ſeine Anſicht vollkommen geändert (Privatunterredung). Bedeutend ernſthaftere Einwürfe ſind gegen den Thurm von Kuhlmann (vergl. Haſenclever in Hofmann's amtlichem Bericht **1**, 174) und von Vorſter (Dingl. polyt. Journ. **213**, 506, Wagner's Jahresber. für 1875, S. 341) gemacht worden; nämlich auf Grund der Annahme, daß bei der Berührung von heißer ſchwefliger Säure mit Nitroſe in dem Thurme ein erheblicher Verluſt von Salpeterverbindungen in Form von Stickoxydul oder von Stickſtoff ſtattfinde. Es ſteht freilich feſt, daß unter gewiſſen Umſtänden heiße ſchweflige Säure die Stickſtoffverbindungen bis zu Stickoxydul oder ſelbſt zu Stickſtoff reducirt. Aber daß ſolche Bedingungen im Gloverthurme exiſtiren, hat Kuhlmann ſchon darum nicht nachweiſen können, weil er keinen ſolchen zur Dispoſition hatte, und Vorſter hat ebenfalls in Beziehung auf Denitrirung nicht mit dem Thurme ſelbſt experimentirt, obwohl er an ſolchen anderweitige intereſſante Beobachtungen gemacht hat, ſondern nur auf Grund von Laboratoriumsverſuchen behauptet, es gingen im Gloverthurme 40 bis 70 Proc. der Stickſtoffverbindungen verloren. Seine Verſuche waren freilich unter völlig verſchiedenen Bedingungen von denen, die im Gloverthurme herrſchen, angeſtellt, und der Verfaſſer hat ſchon aus Vorſter's eigenen Zahlen deſſen Schlüſſe über den Verluſt von Salpeterverbindungen widerlegt (Dingl. polyt. Journ. **215**, 56 und **216**, 79). In dem von Vorſter als maßgebend angeſehenen Verſuche ließ er heiße ſchweflige Säure mit Luft gemiſcht 27 Minuten lang durch auf 180° erhitzte Nitroſe ſtreichen, was in keiner Weiſe den Bedingungen des Gloverthurmes entſpricht. In dieſen tritt die Nitroſe oben ganz kalt ein, und zwar gemiſcht mit Kammerſäure, und beim Austritte, wo ſie alſo ihre größte Hitze angenommen hatte, erreicht ſie nur eine Temperatur von 130°. Es iſt gar nicht daran zu denken, daß ſie dieſe Temperatur auf einer

irgend längeren Strecke des Thurmes haben kann, geſchweige denn 180°, wie bei Vorſter's Verſuch. Im Gegentheil: diejenige Säure, welche ſchon etwas höhere Temperatur zeigt (aber nie ſo hoch wie bei Vorſter's Verſuch), enthält ſchon ſo gut wie gar keine Nitroſe mehr, ſondern wird nur noch durch die heißen Röſtgaſe weiter concentrirt, und die Denitrirung geht jedenfalls ganz weſentlich in dem oberen Theile des Thurmes vor ſich, wo die Säure noch ziemlich kalt iſt. Man kann dies mit Sicherheit aus der vollſtändig feſtgeſtellten Thatſache ſchließen, daß die Denitrirung verdünnter Säuren mit Leichtigkeit, diejenige concentrirter Säuren ſehr ſchwer vor ſich geht. Außerdem iſt aber die Säure dem Strome von ſchwefliger Säure vermuthlich nicht ſo lange ausgeſetzt, als in Vorſter's Verſuchen; wenn einmal die Füllung ganz benetzt iſt, ſo gelangt die Säure im Thurme in einigen Minuten von oben nach unten, wird aber wegen ihrer feinen Vertheilung ſchon oben faſt ganz denitrirt. (Nach Verſuchen in einer der Fabriken von St. Gobain ſogar ſchon 1 m unterhalb des Gasaustrittsrohres; vergl. weiter unten.) Vorſter's Verſuche konnten alſo zur Aufklärung dieſes Gegenſtandes nichts beitragen.

Der Verfaſſer dieſes hat ſpäter (Ber. d. deutſch. chem. Geſellſch. **10**, 1432; ausführlicher in Dingl. polyt. Journ. 1877, **225**, 474) die Verſuche, Angaben und Behauptungen von Kuhlmann und Vorſter im Einzelnen kritiſch beleuchtet und widerlegt; er hat ferner durch eine Reihe von Experimentaluntersuchungen feſtgeſtellt, daß, wenn man dem Schwefligſäuregas einen ähnlichen Sauerſtoffüberſchuß beimengt, wie er in den Röſtgaſen enthalten iſt, das Gasgemenge die Nitroſe ſelbſt bei einer Temperatur von 200° (im Gloverthurme wird ſie nie heißer als 130°) in der Weiſe zerlegt, daß man ſämmtliche Stickſtoffverbindungen durch Abſorption in concentrirter Schwefelſäure wiedergewinnen kann. Reines, ſauerſtofffreies Schwefligſäuregas wirkt auf Nitroſe noch nicht bei 110 bis 130°, dagegen allerdings bei 200°, in der Weiſe, daß etwas Stickoxydul entſteht; dies iſt aber ein Fall, welcher in der Praxis gar nicht vorkommt, und es bleibt feſtſtehen, daß im Gloverthurme weder Stickoxydul noch Stickſtoff in nachweisbaren Mengen gebildet wird. Die Verſuche und Berechnungen des Verfaſſers wurden zwar von Hurter (Dingl. polyt. Journ. **227**, 465 und 563) als unrichtig angegriffen, aber von dem Verfaſſer (ebend. **228**, 70 und 152) durchaus gerechtfertigt.

Wenn etwas Wahres an Kuhlmann's und Vorſter's Behauptungen wäre, ſo würde es doch ſicher zu noch größeren Verluſten führen, daß man auch die friſch entwickelten Salpetergaſe durch den Thurm leitet, wie dies die große Mehrzahl der engliſchen Fabriken thut; oder wenn man gar die flüſſige Salpeterſäure durchlaufen läßt, wie dies jetzt die meiſten continentalen Fabriken thun. Es würde dann nicht allein 70 Proc. aus der Nitroſe, ſondern auch 70 Proc. von dem friſchen Salpeter reſp. Salpeterſäure durch den Thurm verloren gehen. Dies müßte ſich doch wahrhaftig äußerſt bemerklich machen. Nun arbeiteten aber im Jahre 1871 von den zehn Fabriken am Tyneſluſſe, welche damals Gloverthürme beſaßen, nur drei in der Art, daß ſie ihre Salpetermiſchung mit dem Gaſe beſonderer Pyritbrenner zerſetzten und dieſe Gasmiſchung nicht durch den Gloverthurm, ſondern direct in die Kammer gehen ließen. Die anderen ſieben

Fabriken ließen das Gas aller Brenner, zugleich mit allem frischen Salpetergase, durch den Thurm gehen, ohne mehr Salpeter zu verbrauchen als die drei ersten. Unter den drei Fabriken befand sich damals auch die des Verfassers, und derselbe empfahl auch in seiner ersten Veröffentlichung noch diese Vorsicht; aber bei der Anlage des unten zu beschreibenden Thurmes wurde, auf Grund der früheren Erfahrungen, davon abgegangen, das Salpetergas besonders in die Kammern einzuführen, und dasselbe zugleich mit sämmtlichem Röstgase durch den Gloverthurm geführt, und es ist dann durchaus kein Mehrverbrauch von Salpeter bemerkt worden. Schaffner in Außig bestätigt (Privatmittheilung), daß bei Einführung sämmtlicher frischer Salpetersäure (in flüssiger Form) durch den Gloverthurm durchaus kein Mehrverbrauch daran stattfindet, und diese Art der Einführung ist seitdem fast ganz allgemein geworden.

Glover selbst berichtet (Chem. News **27**, 152), daß er für 1651 Tons Schwefel aus norwegischem Pyrit nur 63 Tons 13 Ctr. Salpeter = 3,8 Proc. gebraucht habe, bei einem Kammerraume von 1,25 cbm per Kilogramm täglich verbrannten Schwefels. Sein Pyrit enthielt, wie dem Verfasser sehr genau bekannt ist, da er damals dieselbe Qualität verarbeitete, nur 40 Proc. Schwefel; es wurde also nicht unter so günstigen Umständen gearbeitet, als mit reicheren Erzen. Dabei concentrirte Glover auch seine sämmtliche Kammersäure auf 140 bis 150° Tw. (59,5 bis 61,8° B.), und der Verfasser kann aus seiner eigenen Praxis Aehnliches berichten.

Jedenfalls steht aus den Erfahrungen der Großpraxis ganz unzweifelhaft fest, daß bei Anwendung des Gloverthurmes ganz sicher nicht mehr, sondern weniger Salpeter gebraucht wird, als beim Denitriren mit Kochtrommeln oder Cascaden.

Dies bezeugt vor Allem der frühere Gegner des Gloverthurmes, Bode, in Dingl. polyt. Journ. **237**, 305 und in seiner Preisschrift S. 87, und sind überhaupt gegentheilige Urtheile von solchen, welche den Thurm aus der Praxis kennen, nicht laut geworden. Der Gloverthurm hat sich im Gegentheil nicht nur in England, sondern auch auf dem Continent allgemein verbreitet. Schon im Jahre 1875 wurde von dem Vereine für Beförderung des Gewerbfleißes in Preußen eine Preisfrage über diesen Gegenstand gestellt, worin ausdrücklich „die Nützlichkeit des Gloverthurmes für die meisten Fälle anerkannt“ und nur seine Anwendbarkeit bei wenig heißen Röstgasen als zweifelhaft und der Untersuchung bedürftig hingestellt wurde. Das Resultat der Preisaufgabe war eben die so vielfach hier erwähnte Schrift Bode's „über den Gloverthurm“. Es gilt demnach heutzutage der Gloverthum für einen wesentlichen Theil einer gut eingerichteten Schwefelsäurefabrik, und steht darin auf gleicher Linie mit dem Gay-Lussacthurme selbst. Freilich wird er den Erwartungen nicht entsprechen (und ist deshalb anfangs hier und da wieder abgeschafft worden), wenn er unrichtig oder aus unpassendem Materiale gebaut worden ist; aber das gilt doch von einem jeden in der Technik überhaupt angewendeten Apparate, und die Erfahrung der großen Mehrzahl von Fabrikanten hat vollkommen für den Gloverthurm entschieden.

Bräuning (a. a. O. S. 140) führt gleichfalls als Erfahrung der größeren Anzahl von Fabriken, welche zu Oker mit dem Gloverthurme arbeiten, an, daß durch Einschaltung des Gloverthurmes der Salpeterverbrauch in Folge der voll-

ständigen Denitrirung eher vermindert als vermehrt worden ist, also eine Reduction der Salpetersäure zu Stickstoff oder Stickoxydul darin in erheblichem Maße nicht stattfinden kann.

Auf seinen häufigen Reisen zum Besuch vieler der besten deutschen, englischen und französischen Fabriken hat der Verfasser überall dieselbe Auskunft bekommen: daß man nämlich seit Einführung des Gloverthurmes weniger Salpeter verbrauche, als früher mit dem Verdünnungsverfahren. Sehr häufig mag dies davon herrühren, daß in dem Gloverthurme die Kammersäure zugleich mit denitrirt wird; aber in manchen Fabriken wird die Säure der großen (resp. ersten) Kammer überhaupt gar nicht nitros gehalten, und in anderen läßt man aus verschiedenen Rücksichten nur wenig Kammersäure durch den Gloverthurm laufen. Keinesfalls hat man das mindeste Recht, zu behaupten, es würde mit dem Gloverthurme an sich mehr Salpeter verloren gehen, als bei dem Verdünnungsverfahren. In der Malétra'schen Fabrik zu Rouen hat man z. B. vor Einführung des Gloverthurmes 2 Proc., nach derselben nur 1,3 Proc. Salpeter vom Pyrit gebraucht.

Es darf nicht unerwähnt bleiben, daß Cl. Winkler 1867 (a. a. O. S. 24) in sehr bestimmter Weise die Denitrirung der Nitrose durch heiße schweflige Säure vorschlug, ohne jedenfalls die mindeste Kenntniß davon zu haben, daß dieses Verfahren von Glover und Anderen schon seit Jahren im Großen mit vollstem Erfolge betrieben worden war. Auch würde der von Winkler gemachte Vorschlag daran gelitten haben, daß er zugleich eine kleine Quantität Wasserdampf zuführen wollte. Dies war insoweit vollkommen richtig, als man zu einer vollkommenen Denitrirung die Nitrose ein wenig verdünnen muß; das geschieht aber nicht zweckmäßig mit Dampf, der die ohnehin hohe Temperatur noch mehr erhöhen würde, sondern mit verdünnter Schwefelsäure (Kammersäure), wodurch das schädliche Uebermaß von Wärme in überaus nützlicher Weise zur Concentration der Säure und Erzeugung von Dampf aufgebraucht wird.

Functionen des Gloverthurmes. Dieser ist ein dem Gay-Lussacthurme in vieler Beziehung ähnlicher, aber in mancher doch verschieden construirter Apparat, dessen Function derjenigen des letzteren gerade entgegengesetzt ist. Er soll nämlich die aus dem Gay-Lussacthurme unten abfließende Nitrose ihrer Stickstoffverbindungen berauben und sie wieder in denjenigen Zustand der Concentration versetzen, in welchem sie von Neuem zur Absorption der Salpetergase dienen kann. Dies ist freilich nur eine von den Functionen des Gloverthurmes, aber seine wichtigste und am meisten charakteristische. Der Thurm erfüllt diese Aufgabe, indem er die Nitrose, in der Regel gemengt mit Kammersäure, in fein vertheilter Form der Wirkung der heißen Röstgase aus den Pyritbrennern aussetzt, deren Hitze concentrirend auf die Schwefelsäure, und deren schweflige Säure zersetzend auf die Nitrosylschwefelsäure einwirkt (nach der Gleichung:

$$2\,SO_5NH + SO_2 + 2\,H_2O = 3\,H_2SO_4 + 2\,NO),$$

und gerade die Gleichzeitigkeit der Concentration und der Einwirkung der schwefligen Säure scheint die Denitrirung ganz ungemein zu befördern. Dem Umstande, daß in dem Thurme kein Niederschlag von verdünnter, salpetersäurehaltiger Säure

Fig. 242.

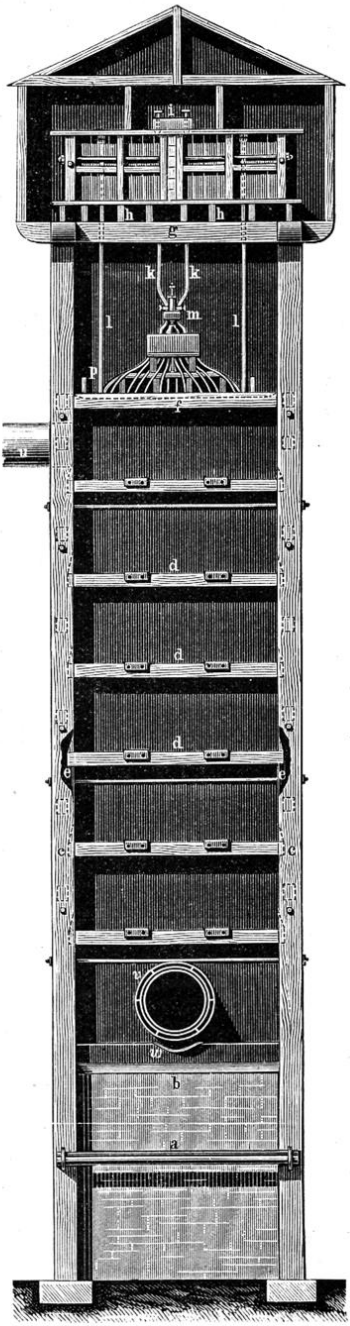
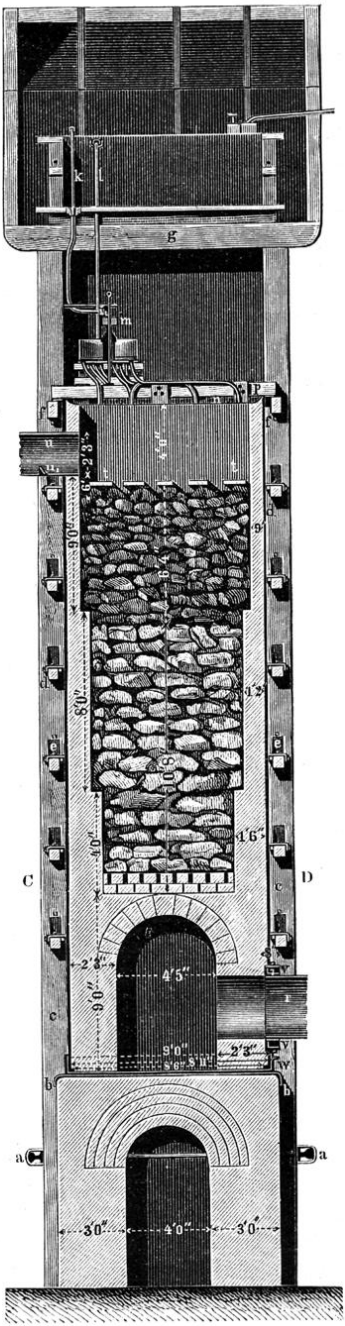


Fig. 243.



an den Bleiwänden entſtehen kann, ſowie auch einer ſehr zweckmäßigen Conſtruction, welche das Blei von vornherein gar nicht in directe Berührung mit den heißen Gaſen und der Nitroſe kommen läßt, hat der Apparat Glover's es zu danken, daß er mit den früher beſchriebenen (S. 510) Apparaten nicht auf eine Stufe geſtellt werden darf, daß er nämlich, wenn er überhaupt richtig gebaut iſt, viele Jahre lang im Gange bleibt und zu keinen Störungen der Fabrikation Anlaß giebt. Ferner hat er vor jenen Apparaten zwei große Vorzüge: erſtens, daß er zugleich die vollkommenſte und die rationellſte aller Kühlvorrichtungen für die Röſtgaſe iſt; die vollkommenſte, weil die heißen Gaſe in directe Berührung mit abkühlender Flüſſigkeit in Form eines Tropfenregens kommen, nicht von derſelben durch eine Metallwand getrennt und etwa nur an dem Umfange des Stromes der abkühlenden Wirkung ausgeſetzt ſind; die rationellſte, weil zur Abkühlung nicht mit Unkoſten kaltes Waſſer gehoben werden muß, ſondern der erzeugte Dampf gleich in der Kammer nützlich verwendet wird. Der zweite und noch größere Vorzug des Gloverthurmes iſt der: daß in ihm gleichzeitig ſämmtliche Kammerſäure auf 60 bis 62° B. (71 bis 75° D.) gebracht wird, ohne alle Koſten als die, welche das Heben der Säure auf den Thurm verurſacht, und welche namentlich dann ungemein wenig betragen, wenn man, wie es oben S. 478 angegeben worden iſt, den Abzugsdampf der Luftpumpenmaſchine als Kammerdampf benutzt.

Endlich wird neuerdings der Gloverthurm allgemein auch dazu benutzt, die neu zuzuführende Salpeterſäure ohne einen beſonderen Apparat in die Kammern einzuführen, indem man ſie einfach zuſammen mit der Nitroſe durchlaufen läßt; ehe die Säure unten ankommt, iſt ſie völlig denitrirt, ebenſo wie die Nitroſe ſelbſt. Selbſt eine Löſung von Chiliſalpeter hat man in dieſer Weiſe durch den Gloverthurm eingeführt, doch hat man dies als unpraktiſch wieder aufgegeben (S. 376).

Ehe wir auf eine ausführlichere Erklärung aller dieſer Functionen eingehen, wollen wir die Conſtruction eines Gloverthurmes beſchreiben.

Im Folgenden ſind die Zeichnungen eines vom Verfaſſer im Jahre 1873 ausgeführten Gloverthurmes gegeben, welcher für ein Kammerſyſtem von 4500 cbm Inhalt und eine tägliche Verbrennung von 9100 kg 48procentigen Schwefelkieſes fungirte. Es ſoll natürlich die folgende Zeichnung und Beſchreibung nur als Beiſpiel eines gut arbeitenden Thurmes, keineswegs aber als unbedingt maßgebend in allen Einzelheiten dienen. Fig. 242 (a. v. S.) zeigt eine Vorderanſicht davon, Fig. 243 (a. v. S.) einen Schnitt nach AB in Fig. 244, Fig. 244 einen Grundriß nach CD in Fig. 243, Fig. 245 einen Schnitt quer durch den Bleimantel, um die Anordnung der Bleche zu zeigen, Fig. 246 Anſicht von oben, um den Säurevertheiler und das Mannloch zu zeigen. Das Fundament beſteht aus zwei Pfeilern von gewöhnlichem gutem Mauerwerk, verbunden durch einen vierfachen Bogen, und verankert durch Eiſenbahnſchienen und Zugſtangen aa. Statt deſſen kann man gewöhnliche Eiſenbahnſchienen dicht neben einander auf die Pfeiler legen, was das Fundament viel leichter macht und freien Zutritt zum Boden des Thurmes geſtattet; auch kann man die Pfeiler ſelbſt als gußeiſerne Säulen geſtalten. Neue Gloverthürme werden jetzt gewöhnlich in dieſer Weiſe gebaut. Das Fundament bildet oben eine ebene Fläche, die mit einem Bleibleche von 3 mm Stärke b abgedeckt iſt, welches nur den Zweck hat, bei einem etwaigen

Leckwerden des Thurmbodens die Säure nicht in das Mauerwerk gelangen zu lassen, sondern seitlich abzuleiten. Man kann dieses Bleiblech auch recht gut statt nach unten, lieber nach oben schalenförmig aufbiegen und mit Auslaufrohr versehen; wenn diese Schale dann mit Wasser gefüllt erhalten wird, so trägt sie zum Schutze des inneren Bodens bei, indem sie dessen hohe Temperatur erniedrigt.

Zuweilen wird die obere Fläche des Fundamentes mit einem geschmolzenen Gemenge von Pech und Schwefel begossen und während dieses noch warm ist,

Fig. 244.

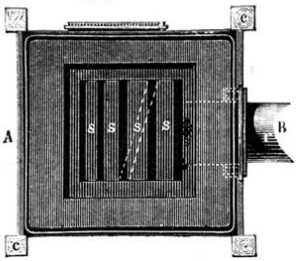
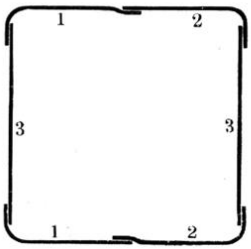


Fig. 245.



das bleierne Schutzblech darauf gelegt. Man erreicht hierdurch einen unbedingten Schutz der eisernen Pfeiler und Träger gegen herabtropfende Säure.

Der Thurm selbst ist innerhalb eines sehr starken Holzgerüstes aus Pechtannenholz (Pitch-Pine) errichtet, welches zugleich die nöthigen Säurebehälter trägt. Vier Ständer *c c* von 30 cm im Quadrat, welche recht zweckmäßig auf Thonplatten stehen, um von etwa überfließender Säure nicht am Fuße zerstört zu werden, sind verbunden durch Querriegel *d d*, von 15 cm im Quadrat, welche in der Art eingezapft sind, daß man sie nach oben herausschlagen kann, wenn sie

Fig. 246.

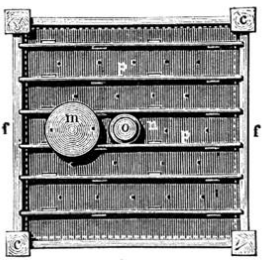
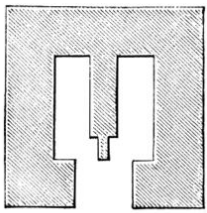


Fig. 247.



schadhaft geworden sind, während das Gewicht des Bleies sie sonst nach unten zieht. Zu diesem Zwecke sind die Zapfenlöcher an den Ständern nach oben schief bis zur Innenseite des Balkens fortgesetzt; Fig. 242 und 243 zeigen dies deutlich bei *e e*. In der Deckenhöhe des Thurmes gehen stärkere Querschwellen *f f* ($15 \times 22\frac{1}{2}$ cm, auf der hohen Kante) rings herum, da diese mehr zu tragen haben. Statt dieser Art des Baues kann man auch das Gerüst in gewöhnlicher Art mit Diagonalstreben construiren, wobei dann freilich das ganze Gewicht des Bleimantels von der obersten Querschwelle getragen werden muß, weil die seitlichen Befestigungslappen fortfallen. Weiter oben sind die Ständer durch die

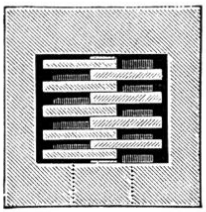
30 × 30 cm starken Querriegel *g g* abgebunden; auf dieſen ſteht ein Holzhaus, in deſſen Inneren die Säurebehälter ſich befinden. Es iſt eigentlich nur ein Säurekaſten vorhanden, der durch eine Scheidewand in zwei Theile getheilt iſt; er ſteht auf den Bohlen *h h* und ſeine Holzconſtruction iſt aus der Figur deutlich zu erſehen. Inwendig ſind beide Abtheilungen natürlich ausgebleit, und zwar mit 3 mm ſtarkem Blei; die eine von ihnen empfängt Nitroſe, die andere Kammerſäure durch den Vertheilungskaſten *i* (Detail wie in Fig. 227, S. 493), dem die Säure aus dem Druckrohre des höher ſtehenden Gay-Luſſacthurmes zugeführt wird, entweder mit Hilfe einer beſonderen Ueberſpritzvorrichtung, wie in Fig. 226, S. 492, oder, mit Weglaſſung des Kaſtens *i*, aus einem ihnen und dem Gay-Luſſacthurme gemeinſchaftlichen Vertheilungskaſten mit drei Ventilen, wie in Fig. 227, S. 493. Letzteres iſt das Richtige, wenn beide Thürme zuſammenſtehen und ihre Säurebehälter ꝛc. mit einer einzigen Holzhütte bedeckt ſind, wie es weitaus am bequemſten iſt; dann hält man die Decken beider Thürme auf gleicher Höhe, und muß nur, wegen der verſchiedenen Thurmhöhe, die Fundamente des Gloverthurmes entſprechend höher aufführen, als die des Gay-Luſſacthurmes. Doch ſchadet dies um ſo weniger, als man ohnehin den Gloverthurm ſo aufſtellen ſoll, daß die Gaſe von den Pyritbrennern etwas Anſteigung in denſelben haben.

Die Säurebehälter ſind jeder verſehen mit einem Auslaßventile *k* und einem Ueberlaufrohre *l*; das erſtere führt auf den Säurevertheiler *m*, das letztere direct auf die Thurmdecke *n*. Die letztere iſt, wie man namentlich aus Fig. 243 und 246 erſieht, an Bohlen *p p* (oder auch Eiſenſchienen) aufgehängt, welche quer über die Schwellen *f f* gelegt ſind; ſtarke, abwechſelnd auf beiden Seiten der Bohlen angenagelte Laſchen halten die Decke feſt. Dieſe iſt, wie es am beſten aus Fig. 243 erſichtlich iſt, an den Rändern, da, wo ſie an den Thurmſeiten angelöthet iſt (genau wie eine Kammerdecke) zwiſchen den Schwellen *f* und den Bohlen *p* feſtgeklemmt, aber von da nach innen vertieft, ſo daß auf ſie fließende Säure nicht über den Rand des Thurmes hinunterlaufen kann, ſondern in der Einſattelung der Decke ſtehen bleibt und durch den hydrauliſchen Verſchluß des Mannloches *o* (Fig. 246) oder durch ein beſonders dazu angebrachtes Schwanenhalsröhrchen in das Innere des Thurmes läuft. Der Thurm ſelbſt beſteht aus 6 mm ſtarkem, ſein Boden aus 15 mm ſtarkem, die Laſchen aus 4 mm ſtarkem Blei. Die Seiten deſſelben ſind ganz wie die einer Säurekammer an den Deck- und Seitenſchwellen aufgehängt, und Fig. 243 und 244 zeigen es namentlich deutlich, wie das Blei etwas von dem Holze abſteht, was ſowohl zum Schutze des Holzes als des Bleies ſelbſt von Wichtigkeit iſt (vergl. S. 313, 320). Zugleich ſieht man in Fig. 245, wie die Seiten gebaut ſind. Um nämlich Nähte an den Ecken zu vermeiden, wo ſie gerade am ſchwächſten ſein würden, und wo man ſie wegen der Eckbalken *c c* auch gar nicht gut ausbeſſern könnte, ſind zwei der Seiten aus je zwei Bleitafeln 1, 2 gemacht, welche in der Mitte zuſammengeſchmolzen ſind und um die Ecken herumgreifen, wo dann die Bleitafeln 3 an ſie angeſchmolzen ſind. Sämmtliche Seitentafeln gehen ohne Horizontalnaht von der Decke bis zum Boden des Thurmes und hängen in dieſen loſe hinein. Die Nähte werden außen verſchmolzen (S. 329).

Im Ganzen ist der eigentliche Thurm 2,7 m im Quadrat (auswendig) und 9 m hoch.

Zuweilen werden selbst viereckige Thürme nicht in dieser Weise gebaut, sondern wie runde Thürme (s. u. S. 529) aus einzelnen Trommeln zusammengesetzt, wobei die höhere immer auf den nach außen trichterförmig abgebogenen Kanten der unteren sitzt. Dies geschieht namentlich dann, wenn das Blei nicht mit Laschen an einem gewöhnlichen Holzrahmen befestigt ist, sondern durch Eisenringe oder dicht anliegende Holzrahmen zusammengehalten wird, welche dem Seitenschub des Futters und der Füllung Widerstand leisten sollen. Eiserne Reifen haben jedoch den Nachtheil, allmälig in das Blei einzuschneiden, und dicht anliegende Holzrahmen verursachen viel schnellere Abnutzung des Bleies (S. 313).

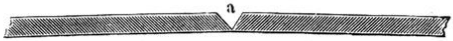
Fig. 248.



Der Boden wird von zwei, in der Mitte verlötheten und am Rande ringsherum 30 cm aufgebogenen Bleitafeln gebildet. Da man Tafeln von 15 mm Stärke nicht auf die gewöhnliche Weise verlöthen kann, so verfährt man in dieser Weise: man stößt sie stumpf an einander, nachdem man die Ränder schief nach oben abgeschnitten und ganz blank geschabt hat, wie es Fig. 249 zeigt; in die so gebildete Naht *a* wird dann geschmolzenes und sehr überhitztes Blei gegossen; das letztere bringt auch die Ränder von *a* zum Schmelzen, ehe es selbst erstarrt, und man befördert dies noch durch ein glühendes Eisen, so daß alles zu einem Ganzen vereinigt wird.

In England macht man neuerdings dies Gerüst und die Thürme selbst immer solider, z. B. die Seiten bis zur Höhe des Gaseintrittsrohres 12 bis 14 mm, den Boden und Aufstand 22 bis 25 mm dick.

Fig. 249.



Wie wir oben sahen, steht der Boden des Thurmes am besten in einer anderen, mit Wasser gefüllten Schale. Selbst wenn man das Wasser nicht erneuert, sondern heiß werden läßt, so schützt es doch den inneren Boden gegen Ueberhitzung. Wenn man aber, wie es manchmal geschieht, fortwährend kaltes Wasser einlaufen läßt, so wird zugleich die unten ablaufende Säure schon etwas abgekühlt.

Der Thurm wird nun ausgefüttert, und dabei zugleich mit einem Roste für die Füllung versehen. Das Futter muß aus den besten, hartgebrannten, säurefesten Thonsteinen bestehen, die man sich verschaffen kann. Manche weniger feuerfeste Ziegel, z. B. die „blauen“ Ziegel von Mold in der Grafschaft Flint (Nord-Wales), eignen sich dazu besser als andere feuerfestere, aber weniger säurefeste Steine. Am besten, freilich theurer, wären Steingut- oder Glasziegel. Sehr gute Ziegel für Futter und Füllung (s. später) von Gloverthürmen werden von der Außiger chemischen Fabrik geliefert; ebenso von der rheinischen Industriegesellschaft zu Bendorf bei Coblenz, von Ernst Boeing zu Bad Nauheim, von Geith in Coburg u. s. w. Eine der bekanntesten englischen Bezugsquellen ist die Buckley Brick & Tile Company, deren für diesen Specialzweck bestimmtes

Fabrikat den Handelsnamen „Metalline“ führt und nach dem Chemical Trade Journal **10**, 46 folgende chemiſche Zuſammenſetzung haben ſoll:

Kieſelſäure	63,01	Magneſia	0,40
Thonerde	25,95	Natron	Spur
Eiſenoxyd (Fe_2O_3) . . .	6,49	Kali	2,57
Manganoxyd (Mn_3O_4) .	0,75	Organiſche Subſtanz und	
Kalk	0,83	Waſſer	0,9

Die Analyſe läßt freilich nicht erkennen, weshalb dieſe Maſſe gerade beſonders ſäurefeſt iſt.

Ueber die Herſtellung von ſäurebeſtändigen Steinen für Gloverthürme finden ſich in der Thoninduſtrie-Zeitung 1890, S. 642 folgende Notizen. Ein kieſelſäurereiches Material eignet ſich dazu beſſer als ein thonerdereiches; auch ſoll es nicht porös, ſondern möglichſt dicht ſein. Hat man keinen möglichſt eiſenfreien, ſich klinkerartig brennenden Thon, ſo ſtellt man ſich ein gut ſinterndes, porcellanartiges Gemiſch aus 25 bis 30 Thln. Feldſpath, 25 bis 30 Thln. Thonſubſtanz ($Al_2O_3, 2Si O_2, 2H_2O$) und 40 bis 50 Thln. Quarz her. Als „Thonſubſtanz“ nimmt man fetten, feuerfeſten, reinen Thon. Die Maſſe ſoll bis zur Klinkerung gebrannt werden und dabei nicht zu ſehr ſchwinden. Am beſten wird der Stein noch mit einer Glaſur aus 44 Gew.-Thln. Quarz, 84 Feldſpath, 35 Schlämmkreide, 26 geſchlämmtem Kaolin überzogen.

Das Futter wird unterhalb des Roſtes 0,685 m ſtark ringsum gemacht, ſo daß inmitten nur noch ein lichter Raum von 1,315 m bleibt; die noch übrig bleibenden 0,015 m (auf 2,700 m Seite) rühren davon her, daß man das Futter nicht dicht an die Bleiwände heranſtößt, ſondern ringsum einen Zwiſchenraum von 8 mm läßt; namentlich deutlich iſt dies in Fig. 244 gezeigt. Unmittelbar über dem Eintrittsrohre *r* für das Gas ſind nun vier Bögen *s s* im Halbzirkel gewölbt, welche in Fig. 243 im Durchſchnitt, in Fig. 244 von oben geſehen erſcheinen. Sie ſtützen ſich auf die deshalb ebenſo dick angelegten Seitenmauern, und dienen ſowohl zum Tragen der Thurmfüllung, als zum Vertheilen des Gaſes. Wenn man den Seitendruck ganz vermeiden will, ſo bringt man (wie es mehrere Fabriken thun), ſtatt des Gewölbes einen Roſt aus Thonflieſen an, wie ihn Fig. 247 und 248 zeigen; die erſtere zeigt, wie eine Mauerzunge in der Mitte des Thurmbodens faſt durchläuft, welche (Fig. 248) oben eine Anzahl auf hoher Kante ſtehender Flieſen von 1 m Länge auf 0,45 m Höhe und 0,15 m Dicke trägt, die auf der Zunge und den Seitenmauern aufruhen. Jedenfalls iſt auch das Gewölbe, wenn es vorhanden iſt, nach oben zu einem ebenen Roſte aufgebaut (Fig. 243). (Walſh, Engl. Pat. Nr. 1486, 1884, giebt gerade umgekehrt dem Roſte die Form eines Spitzbogens, um die Gaſe beſſer zu vertheilen; dies iſt ganz unnöthig.) Das Futter des Thurmes ſetzt ſich nun noch auf circa 1,3 m Höhe in einer Stärke von 0,45 m fort, hat dann auf 2,4 m Höhe nur 0,35 m Stärke, und auf die letzten 2,4 m Höhe nur 0,225 m Stärke.

Die genannte Ausfütterung des Thurmes, ſowie auch das Gewölbe, muß abſolut trocken gemauert werden, ohne Mörtel irgend welcher Art. Theermörtel würde ſchmelzen, und Thonmörtel würde ſich in Aluminiumſulfat verwandeln.

Dies paſſirte einer der erſten Fabriken am Tyne, welche den Gloverthurm probirte, wo nach einigen Wochen die Füllung den Deckel abhob und zum Thurme oben hinauswuchs. Um für das Gewölbe trotz des Mangels irgend welchen Mörtels die hinlängliche Stabilität zu erlangen, iſt es beſſer, ſtatt behauener Ziegel dazu eigens gebrannte große Formſteine zu nehmen, welche der Geſtalt des Gewölbes nach coniſch ausgehen und ſich mit ganz glatten Flächen an einander lagern. In manchen Fabriken ſchleift man überhaupt ſämmtliche Ziegel der Fütterung auf einander ab, ſo daß nur äußerſt dünne Fugen bleiben.

Der Boden des Thurmes ſollte inwendig mit 75 mm dicken Thonflieſen bedeckt ſein, um ihn vor directer Berührung mit den heißen Gaſen und der heißen Säure zu ſchützen (dies iſt aus Verſehen in Fig. 243 fortgelaſſen worden). Es iſt ſogar räthlich, zwiſchen dieſe Flieſen und dem Boden noch ein loſes Bleiblech zu legen.

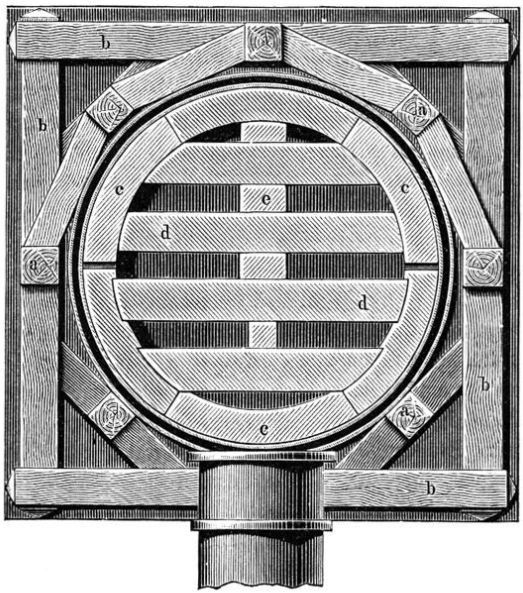
Man hält es nicht für ſchlechte Arbeit, wenn die Ausfütterung eines Gloverthurmes drei Jahre ohne Erneuerung aushält.

Statt des anfangs allenthalben angewendeten viereckigen Querſchnittes der Gloverthürme ſind ſpäterhin an vielen Orten runde Thürme in Gebrauch gekommen. Wenn ſie mit Ziegeln ausgefüttert werden, ſo werden dieſe als Vieleck angeordnet, wenn man nicht paſſende Formziegel für einen Rundbau haben kann. In Frankreich ſind ſie gewöhnlich mit großen, der Rundung entſprechend geſchnittenen Blöcken von Volvic-Lava gefüttert, welche natürlich ohne Mörtel auf einander geſtellt werden und ſchon für ſich einen ſoliden Thurm bilden, der von dem Bleimantel ganz unabhängig iſt. Fig. 250 (a. f. S.) (aus Frémy's Encyclopédie chimique [1] V, 188) giebt einen Horizontalſchnitt eines dieſer runden Thürme, welcher für ein Kammerſyſtem von etwa 4600 cbm dient. Er iſt 2,5 m weit und 7 m hoch und ruht auf einem in Cementmörtel gelegten Mauerklotz, welcher oben durch ein Bleiblech von 3 mm Dicke gegen die Säure geſchützt iſt. Auf dieſem ſind acht hölzerne Ständer, *a a*, errichtet, welche unten und oben in achteckige wagerechte Rahmen eingezapft ſind. Die Ständer haben 0,25 bis 0,30 m Seite und werden durch zwei Reihen von Querrahmen, *b b*, zuſammengehalten, welche mit Schraubenbolzen verankert ſind. Die Bleilaſchen ſind an die ſenkrechten Ständer angenagelt. Der Bleimantel beſteht aus vier Trommeln, welche an Ort und Stelle zuſammengelöthet werden; die beiden unterſten derſelben haben eine Bleiſtärke von 11 mm, die dritte 8 mm, die vierte 6 mm. Die oberſte Trommel iſt an der Oberkante nach innen umgebörtelt, um mit der Decke verlöthet zu werden, welche mittelſt Bleilaſchen an fünf auf dem oberen Holzrahmen liegenden Eiſenbahnſchienen aufgehängt iſt. Bis alle Bleitrommeln an ihrem Platze ſind, werden nur fünf von den acht Ständern gebraucht, um Raum zur Arbeit zu gewinnen; die drei übrigen werden zuletzt eingeſetzt. Jede Trommel iſt an der Oberkante etwas nach außen aufgetrieben, um einen Sitz für die nächſt höhere Trommel zu gewähren; die Fuge wird dann mit geſchmolzenem Blei ausgefüllt. Während die Trommeln gehoben und auf ihren Platz geſtellt werden, läßt man ſie auf dem Holzcylinder, auf dem ſie gemacht worden ſind. Nur die drei erſten Trommeln erhalten die oben beſchriebene Lavafütterung; die vierte braucht keine ſolche, da die Hitze der Gaſe hier nicht mehr ſtark genug iſt,

um dem Blei zu ſchaden. Im Ganzen ſind 18 Lavablöcke, *c c*, vorhanden, nämlich drei den Bleitrommeln entſprechende Schichten von je ſechs Stück mit abwechſelnd verlaufenden (gebrochenen) Fugen; ſie ſind alle 25 bis 30 cm dick. (In Salindres ſind die Lavablöcke nicht von gleichmäßiger Dicke, ſondern 45 cm am Boden, 30 cm mitten, 20 cm oben.) Die Fugen werden ſo eng als möglich gemacht. Der Roſt beſteht aus vier oder fünf Lavaſchwellen *d d*, wie aus der Zeichnung erſichtlich; ſie werden zuweilen in der Mitte durch eine dünne Mauer *e* unterſtützt.

Die kreisrunden Gloverthürme haben vor den viereckigen den Vortheil, daß ſie für einen gegebenen Cubikinhalt weniger Blei erfordern und daß das Blei weniger leidet, als wenn es in ſcharfen Ecken gebogen werden muß. Aber während dies bei Gay-Luſſacthürmen zutreffen mag, ſo wird es bei Gloverthürmen mehr als aufgewogen durch die viel größere Mühe und Koſten der kreisförmigen Ausfütterung.

Fig. 250.



Volvic-Lava kann man von mehreren Firmen beziehen, z. B. von Broſſon Lafilichat frères zu Volvic (Puy-de-Dôme). Im Jahre 1880 koſtete das Cubikmeter 60 Frcs. und die Ausfütterung eines großen Gloverthurmes der eben beſchriebenen Art 4500 Frcs.

Die Füllung der Gloverthürme beſteht in England faſt überall aus Feuerſteinknollen, welche aus der Kreide ausgeleſen und durch Waſchen mit Salzſäure gereinigt werden. Dieſes Material widerſteht der Säure vollkommen und ſpringt nicht in der Hitze; aber es beſitzt keine große Oberfläche und iſt ſehr ſchwer. Aus dem letzteren Grunde füllte man früher meiſt das oberſte Drittel des Thurmes mit ſehr hartem Koks; aber dies hat öfters zu Unfällen durch Entzündung geführt, und außerdem wirkt auch die Säure ſtets, beſonders im Anfange, auf den Koks ein. Die meiſten Fabriken haben auf den Gebrauch von Koks verzichtet; doch kommt er noch hier und da vor.

An vielen Orten füllt man die Gloverthürme einfach mit Ziegeln in der Art eines Siemens'ſchen Regenerators. Dieſe Ziegel müſſen natürlich ſäurefeſt ſein. Blaue Ziegel aus Wales (S. 527) ſind recht gut dafür; ſogar manche gemeine Mauerziegel halten ſich ſehr gut (Journ. Soc. Chem. Ind. 1885,

p. 33). Aber sie werden doch stets mehr oder minder von der Säure angegriffen, und geben Eisen und Thonerde an diese ab (s. u.).

Quarzbrocken werden auch öfters angewendet; aber manche Arten derselben zerspringen mit der Zeit und verstopfen die Gascanäle bis zu dem Grade, daß der Zug und mithin das Ausbringen stark beeinträchtigt wird (Bornträger, Chem. Ind. 1886, S. 108). Im Gegensatz dazu verwendet Herreshoff (Engl. Pat. 1861, Nr. 1886) nichts als Quarzbrocken im Inneren des Thurmes. Da man diese nicht gut in so regelmäßiger Form erhalten kann, daß sie in gewöhnlicher Art zur Ausfütterung des Thurmes dienen könnten, so hält er das Futter etwa 30 cm von den Bleiwänden entfernt und füllt diesen Raum mit Quarzsand. Herreshoff behauptet, daß dieser Sand auch nach längerer Zeit nicht durch die Säure weggewaschen werde, was doch zweifelhaft erscheint.

Selbst Glasbrocken, oder die Steinzeugkrüge für Selterswasser, deren Boden man abschlägt, hat man brauchbar gefunden. Eines der besten Materialien für den vorliegenden Zweck ist das von Ernst Boeing in Bad Nauheim gelieferte. Es besteht aus fast reiner Kieselerde, ist bei heftigster Weißgluth gebrannt, schneidet Glas und widersteht sowohl Temperaturwechseln wie lange anhaltender Wirkung von heißer Säure. Fütterungsziegel aus diesem Material kosten 30 Mk. die Tonne; zur Füllung des Inneren werden Cylinder von 12 bis 15 cm Höhe und 10 cm Durchmesser geliefert (zu 70 Mk. die Tonne), welche ohne Weiteres hineingeworfen werden.

Für alle aus gebranntem Thon bestehenden, säurefest sein sollenden Füllmassen gilt natürlich, was schon über die zur Fütterung bestimmten Ziegel gesagt worden ist (S. 527).

Die gelochten Platten nach Lunge und Rohrmann's System (S. 351) eignen sich nicht gut zur Füllung eines ganzen Gloverthurmes, obwohl sie die Forderung der Säurefestigkeit durchaus erfüllen. Im unteren Theile desselben würden sie zu schnell durch Flugstaub verstopft werden, und wären dort auch dem Springen zu sehr ausgesetzt. Aber man kann sie sehr gut für die obere Hälfte des Thurmes verwenden, indem man die untere mit hochkantig gestellten Ziegeln oder etwas der Art füllt. Dies vermeidet einen zuweilen den Boeing'schen Cylindern gemachten Vorwurf, daß nämlich in Folge von deren verhältnißmäßig großen Dimensionen die Gase nicht genügend mit der Säure in Berührung kommen und die Denitrirung daher nicht ganz vollkommen ist.

Sehr gut bewährt haben sich die eben erwähnten Platten in einem Falle, wo es darauf ankam, die Denitrirung bei möglichst niedriger Temperatur vorzunehmen, um nicht durch das gleichzeitig vorhandene Ammoniak Verlust zu erleiden (vergl. weiter unten). Man setzte ein kleines Thürmchen des Lunge-Rohrmann'schen Systems mit nur 13 Lagen von Platten über einander auf den Gloverthurm, mit der Wirkung, daß die Gase aus diesem mit 90° Wärme in den Plattenthurm eintreten und noch mit 60° austreten. Trotz dieses geringen Temperaturunterschiedes und der kleinen Dimensionen des Thürmchens wird darin 80 Proc. der Denitrirungsarbeit geleistet, und ist dadurch der Beweis erbracht, daß jenes System sich auch für diese Arbeit vorzüglich eignet, wenn der Flugstaub nicht in Frage kommt.

Selbst wenn man eine anderweitige Füllung als Ziegel, also z. B. Feuersteine, Cylinder u. dergl., gewählt hat, ist es gebräuchlich, unmittelbar auf dem Roste, zur regelmäßigeren Vertheilung des Gases, erst zwei lose gestellte Schichten von denselben Ziegeln anzubringen, welche zur Ausfütterung dienen. Daß man mit dem Einsetzen der Füllung ebenso systematisch und sorgfältig zu Werke gehen muß, wie bei der des Gay-Lussacthurmes, ist ganz selbstverständlich.

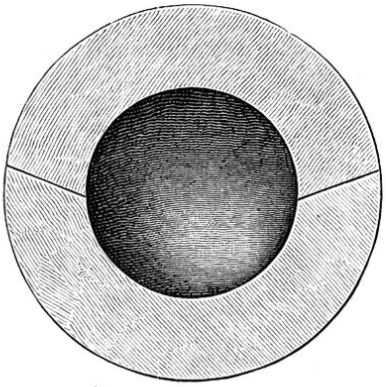
In manchen Fällen zieht man es vor, den Thurm nicht ganz bis oben hin zu füllen, wenn nämlich die Gase dadurch zu sehr abgekühlt werden; es könnte sich dann sogar ein Theil des unten entbundenen Wasserdampfes oben wieder condensiren und somit der Concentration geschadet werden. Die Temperatur der abziehenden Gase darf keinesfalls unter 50° sein, und manche Fabrikanten ziehen 60 bis 75° vor. Wenn man aber eine zu große Abkühlung durch Leerlassen des oberen Theiles des Thurmes vermeiden muß, so kann man überhaupt diesen oberen Theil ganz fortlassen und den Thurm um so viel niedriger machen. In der That ziehen manche Fabrikanten in England niedrigere Thürme, von 5,5 bis 6 m Höhe, den höheren vor. Dies wird natürlich davon abhängen müssen, wie heiß die Gase in den Thurm gelangen, also was für Erze man brennt, ob man Staubkammern anlegen muß, wie weit der Weg von den Pyritöfen zum Thurme ist ꝛc. Nach allen darüber gesammelten Notizen scheint die richtige Höhe eines Gloverthurmes unter gewöhnlichen Umständen 8 bis 9 m zu sein. In einer Fabrik, wo zwei Gloverthürme vorhanden sind, einer von 7,2 und ein anderer von 10,8 m Höhe, fand man, daß der höhere nicht mehr Arbeit als der niedrigere that, so daß die Kosten der Extrahöhe weggeworfen sind.

Das Gas tritt durch das 0,75 cm im Lichten weite Gußeisenrohr *r* (Fig. 243) ein und durch das 0,675 m weite Bleirohr *u* aus. Ueber letzteres ist weiter nichts zu sagen, als daß in seinem Boden sich eine kleine Leiste u_1 befindet, welche die hineinspritzende Säure zwingt, in den Thurm zurückzufließen; auch läßt man das Rohr gern ein wenig gegen die Kammer zu ansteigen. Dagegen ist die Befestigung des Eintrittsrohres *r* (welches ein wenig Fall nach dem Thurme zu haben soll) in der Bleiwand keine so ganz einfache Sache, und bot anfangs große Schwierigkeiten dar. Das Rohr *r* ist wohl meist von Gußeisen und hat, ausgenommen im Falle sehr armer Erze, also in der großen Mehrzahl der Schwefelsäurefabriken, eine Temperatur von wenigstens 300° C. Das Blei des Thurmes, da, wo es das Eisenrohr berührte, war daher sehr schnellem Verderben ausgesetzt, und dazwischen gebrachte Kitte halfen nicht viel; in den meisten Fabriken sah man etwas Gas aus dieser Fuge entweichen, und sie war sehr häufigen Reparaturen ausgesetzt. Die in Fig. 243 und 244 angegebene Einrichtung jedoch hat alle diese Unannehmlichkeiten beseitigt. Das Rohr *r* steht nämlich gar nicht in Berührung mit dem Thurmblei, sondern mit einem Gußstück *v*. Dieses letztere ist ein Ring mit zwei senkrecht zur Ringfläche stehenden Flanschen; die Metallstärke ist 25 mm, der lichte Zwischenraum zwischen den Flanschen des Ringes 0,10 m, seine ganze Höhe (mit den Flanschen) 0,20 m, sein äußerer Durchmesser 1,15 m, der innere (lichte) Durchmesser des Ringes 0,85 m; es bleibt also, da das Rohr *r* außen 0,80 m hat (inwendig 0,74 m), noch eine Kittfuge von 25 mm ringsherum frei, welche mit irgend welchem sehr harten Kitt, z. B. dem gewöhn-

lichen Roſtkitt, ausgefüllt werden kann, und man kann den Kitt beliebig feſt einſtemmen, was zwiſchen Eiſen und Blei nicht der Fall wäre. Der Bleimantel des Thurmes iſt an der betreffenden Stelle mit einem kreisförmigen Loche verſehen und daran ein aufrechter Blei-Flanſch gelöthet, welcher auf den äußeren Theil des Ringes *v* paßt; zwiſchen das Eiſen und das Blei kommt hier gewöhnlicher Theerkitt, und ein eiſerner, mit Schrauben zuſammengepreßter Reif hält Blei, Kitt und Eiſen dicht zuſammen. Da der äußere Theil von *v* durch die in dem Hohlraume des Ringes circulirende Luft abgekühlt iſt, ſo kann ſich ihm nur ein kleiner Theil der Hitze mittheilen, welche der innere Theil deſſelben Ringes, immer noch abgeſchwächt durch die ſchlechter leitende Kittſchicht, von dem Rohre *r* empfängt, und es iſt alſo gar keine Schwierigkeit vorhanden, das Blei auf dem Eiſen zu dichten.

In der Fabrik zu Außig iſt die Schwierigkeit der Dichtung dadurch vermieden, daß an das eiſerne Gasleitungsrohr ſich unmittelbar vor dem Gloverthurme ein ſolches aus Gasretorten-Chamottemaſſe mit Flanſchenverbindung anſchließt, welches in das Innere des Thurmes hineinragt; das Thurmblei iſt dann einfach durch einen angelötheten Bleiring, der das Thonrohr umfaßt, mit Theerthonkitt zwiſchen beiden, angeſchloſſen; durch einen eiſernen Reif mit Schraubenverbindung wird das Blei mit dem zwiſchenliegenden Kitt auf das Thonrohr gepreßt, und eine vollkommene Dichtung hergeſtellt. Bei der geringeren Wärmeleitung und der großen Wandſtärke des Thonrohres gegenüber dem Gußeiſen hält dieſe Dichtung auch ohne die oben beſchriebene Luftkühlung.

Fig. 251.



Eine ſehr gute Vorrichtung findet ſich in Griesheim. Dort iſt das von den Pyritöfen kommende Eiſenrohr an ſeinem Ende ſo ſehr erweitert, daß es das aus dem Thurme herausragende Ende eines aus Ziegeln angefertigten kreisrunden Canales umfaßt. Das Blei des Thurmes ſetzt ſich in ein dieſen Röhrencanal umfaſſendes Rohr fort, welches mit dem erweiterten Ende des Gußrohres durch Flanſchenverbindung vereinigt iſt, mit Asbeſtdichtung.

An manchen Orten verwendet man Röhren aus Volvic-Lava, in der in Fig. 251 gezeigten Weiſe aus zwei Hälften gefertigt; dieſe erfordern keine beſondere Vorrichtung zum Schutze des Bleies bei der Verbindung.

Endlich iſt noch in Fig. 243 die Ablaufſchnauze (Lippe) *w* zu bemerken, wo das dicke Blei des Aufſtandes des Bodens umgebörtelt iſt, damit die Säure hier beſtändig ablaufen könne, und zwar in eine, hier nicht gezeichnete Bleirinne. Dieſe Stelle, über welche continuirlich heiße Säure läuft, und welche ſich nicht mit einer ſchützenden Schicht von Bleiſulfat belegen kann, iſt erfahrungsgemäß ſchneller Abnutzung ausgeſetzt, und da eine Reparatur der Lippe beim Gange des Thurmes

so gut wie unmöglich ist, so darf man nicht vernachlässigen, eine falsche Lippe einzulegen, bestehend aus einem Bleilappen, welche dicht auf die wahre Lippe aufgeschlagen wird; die Säure fließt jetzt über die falsche Lippe, und wenn diese abgenutzt ist, kann sie in wenigen Minuten durch eine neue ersetzt werden.

Man kann auch statt der „Lippe“ einfach ein Bleirohr von etwa 30 mm etwas unterhalb des Randes des Ueberstandes anlöthen, welches zum Abfluß der Säure dient; doch verlangt dies ungemein sorgfältige und starke Arbeit des Bleilöthens, um nicht öfteren, mit einem Stillstande des Thurmes verknüpften Reparaturen ausgesetzt zu sein. In Stolberg, wo überhaupt der Gloverthurm gar kein „Schiff“ hat, sondern der Boden an die Seiten angelöthet ist, sind zwei Abflußröhren vorhanden, damit das eine fungiren kann, wenn sich das andere verstopft u. dergl.

Als Säurevertheiler wurden früher fast überall Reactionsräder angewendet; man kann dieselben aus Glas machen, wie es auf Fig. 217, S. 484 abgebildet ist; in England machte man sie aber gewöhnlich fast ganz aus Blei, und ist diese Einrichtung in Fig. 252

Fig. 252.

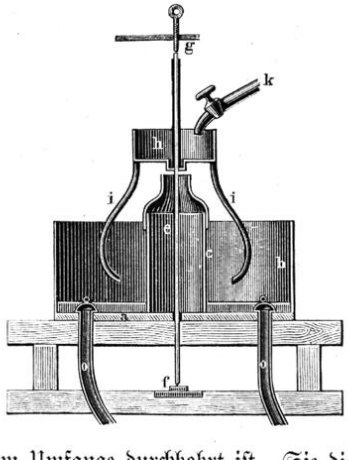
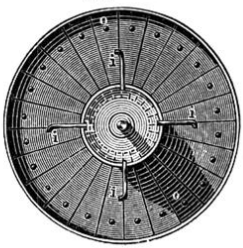


Fig. 253.



und 253 in größerem Maßstabe dargestellt. Auf einem kleinen Holzgerüste liegt eine Gußeisenscheibe *a*, welche im Centrum und an 24 Stellen nicht weit vom Umfange durchbohrt ist. Sie dient als Träger für einen Bleicylinder *b* von 0,75 m Weite und 0,30 m Höhe, dessen Boden durch 37 mm hohe Leisten in 24 Fächer getheilt ist; in jedem derselben ist ein Loch, entsprechend denen der Gußeisenscheibe, und ein angelöthetes 22 mm weites Bleirohr *o o* führt von da auf die Thurmdecke, wo die Röhren in an die Decke angelöthete, weitere Stutzen lose eingesteckt und mit Theerkitt verschmiert sind. Aus den Figuren 243 u. 246 ist die Art der Vertheilung der Röhren ersichtlich. In der Mitte des Cylinders *b* (Fig. 252) ist ein engerer Cylinder *c* (0,175 m weit) angelöthet, welcher oben mit einer lose darauf sitzenden, oben sich zusammenziehenden Kappe bedeckt ist. Alle diese Theile sind fest. Die beweglichen Theile bestehen zunächst aus einer eisernen Spindel *e*; dieselbe geht durch die Gußscheibe *a* durch und rotirt unterhalb derselben mit ihrer verstählten Spitze auf einem dicken Glasstücke *f*, oben wird sie durch die Eisenspitze *g* gehalten, welche in einen eisernen Träger *g* eingeschraubt ist; durch Anziehen oder Nachlassen der Schraube kann man die

Spindel *e* fester oder loser stellen. Der obere Theil von *e* ist von einem dünnen Bleirohre umgeben, und an dieser Stelle ist die Schale *h* aus dünnem Blei angelöthet, von welcher die vier Röhrchen *ii* in der auf beiden Figuren gezeichneten Biegung herabgehen, so daß, wenn aus dem Rohre *k* Säure einfließt, dieselbe beim Ausflusse aus *ii* durch den Rückstoß die Spindel *e* mit den daran fest angebrachten Theilen in Rotation versetzt. Es münden übrigens beide Säuren (Nitrose und Kammersäure) in die Schale *h*. Der nöthige Gasverschluß wird dadurch hervorgebracht, daß man die Mündungen der Abzugsröhren *oo* mit einem Bleischälchen lose überdeckt, oder auf verschiedene andere Weise. Genau derselbe Apparat wurde in den englischen Fabriken auch für den Gay-Lussacthurm gebraucht.

Ein viel sorgfältiger construirtes Reactionsrad ist nach Mittheilungen von Herrn Schaffner in der 1. Aufl. d. W., S. 410 und 411 abgebildet und erläutert. Es sei ferner auf die in Griesheim angewendete Construction verwiesen (S. 484), im Uebrigen aber bemerkt, daß Reactionsräder aller Art durch die S. 477 beschriebene Vertheilungsvorrichtung überflüssig werden, welche selbstredend für Gloverthürme genau ebenso wie für Gay-Lussacthürme, Salzsäurethürme u. s. w. tauglich ist. Es sollten übrigens ebenso viele Vertheilungsröhren als für den Gay-Lussacthurm, also mindestens 10 auf den Quadratmeter der Thurmdecke vorhanden sein.

Die Regulirung der Säurespeisung geschieht für den Gloverthurm entweder ganz von der Hand, oder nur mittelst des Fig. 216, S. 483 gezeigten Apparates. Vorrichtungen für unbedingt gleichmäßigen Zufluß wären hier nicht am Ort, da die Verhältnisse zwischen Nitrose und Kammersäure variiren und je nach dem Concentrations- und Denitrirungszustande der unten ablaufenden Säure abgeändert werden müssen.

Nach den oben angegebenen Dimensionen sieht man, daß der Cubikinhalt des Gloverthurmes, innerhalb des Bleies gemessen, also ganz ohne Berücksichtigung der Auskleidung des Raumes unter dem Gewölbe ꝛc., bei einem täglichen Verbrauche von 9100 kg Pyrit von 48 Proc. Schwefel = 4368 kg Schwefel, sich auf $2{,}7 \times 2{,}7 \times 9$ m, also auf 65,61 cbm beläuft. Dies macht für je 1000 kg täglich verbranntem Schwefel fast genau 15 cbm Inhalt des Thurmes, und diese Zahl darf man als maßgebend gelten lassen, da gerade dasselbe Verhältniß von einigen der größten englischen Fabriken gewählt wird. In den Fabriken der Gesellschaft von St. Gobain nimmt der wirkliche Arbeitsraum, d. h. der von der Füllung eingenommene Raum der Gloverthürme 2 bis 4,5 cbm pro Ton Pyrit ein, also etwa 4 bis 9 cbm pro Ton Schwefel; da der Arbeitsraum ungefähr die Hälfte des Gesammtraumes innerhalb des Bleies beträgt, so kommt der höhere Betrag der St. Gobain-Fabriken dem oben als maßgebend angeführten sehr nahe.

Ein von Bode erbauter Gloverthurm ist von diesem in seiner Preisschrift S. 60 ff. (auch in Dingl. polyt. Journ. **223**, 623) ausführlich beschrieben und abgebildet worden; da er aber im Principe durchaus keine Abweichungen von dem oben abgebildeten zeigt, so seien nur solche Detailangaben daraus angeführt, welche von dem obigen wesentlich abweichen. Die Dimensionen des

Thurmes sind 2,30 × 2,30 × 7,60 m. Er ist mit Topfscherben, und nur ganz oben mit etwas Koks gefüllt. Zur Auskleidung sind hart gebrannte, gewöhnliche Preßziegel von Schlickmann in Herdecke bei Hagen genommen, von denen es durch Erfahrung feststand, daß sie gegen Säure und saure Dämpfe sehr widerstandsfähig sind. Für die Säuren sind 16 Einläufe mit zwei Reactionsrädern vorhanden. Bode beschreibt daselbst auch ein schwimmendes Reactionsrad für ganz geringe Druckhöhen, ähnlich dem S. 484 gezeigten.

Ferner beschreibt Bode eine Einrichtung, um die Nitrose und Kammersäure, welche in den beiden Reactionsrädern gesondert aufgegeben werden, sich unmittelbar bei ihrem Eintritt in den Thurm mischen zu lassen; es treten neben einander je zwei Zweigröhren in Wasserverschlüsse, und diese münden innerhalb des Thurmes in ein gemeinschaftliches, nach unten gebogenes Rohr, welches an der niedrigsten Stelle der Biegung ein Ausflußloch hat. Solche Vorsichtsmaßregeln sind in den meisten Fällen ganz unnöthig, und man läßt eben die beiden Säuren sich schon oben frei mischen (S. 538).

Statt ein Balkengerüst anzuwenden, wird öfters, und sehr zweckentsprechend, ein Gerüst von Gußeisen oder selbst von Schmiedeeisen angewendet.

In den meisten Fabriken werden ganz richtigerweise die Gay-Lussac- und Gloverthürme neben einander gestellt, so daß ihre Decken von einer gemeinschaftlichen Treppe aus zugänglich, manchmal sogar in einer Ebene gelegen sind. Im letzteren Falle müssen die ja viel niedrigeren Gloverthürme ein entsprechend höheres Fundament als die Gay-Lussacthürme haben. Selbstverständlich wird durch eine solche Einrichtung die Aufsicht über den Betrieb, die Speisung der Thürme u. s. w. außerordentlich vereinfacht. Da die Stellung der Gloverthürme zwischen den Pyritöfen und der ersten Kammer eine gegebene ist, so wird der Gay-Lussacthurm sehr weit von der letzten Kammer zu stehen kommen; aber dies ist um so besser, da die Gase in dem langen Verbindungsrohre besser gekühlt und getrocknet werden. Es ist auch ein Vortheil, wenn die Nitrose nicht sehr weit laufen muß, da sie zuweilen Gas (NO) enthält, welches ihren freien Lauf beeinträchtigt. Da ein solch langes Verbindungsrohr die Reibung des Gasstromes vermehrt, so macht es gewöhnlich einen Schornsteinzug für die Kammern nöthig, welcher auch sonst aus anderen Gründen erwünscht ist (S. 389).

Arbeit mit dem Gloverthurme.

Der Gloverthurm kann zwar auch in der Art fungiren, daß man in ihm nur die Nitrose selbst hinunterlaufen läßt; alsdann entzieht er aber derselben nicht alle Stickstoffverbindungen, sondern nur den größten Theil (bis auf etwa 0,2 Proc. N_2O_3) und concentrirt sie zugleich wieder auf 62° B. (75° T.). Man kann dann diese Säure wieder von Neuem im Gay-Lussacthurme zur Absorption benutzen, und also einen Kreislauf derselben Säure zwischen den beiden Thürmen herstellen, wobei immer mehr Säure gebildet wird, da im Gloverthurme selbst durch die Wirkung der schwefligen Säure auf die Nitrose, neben Stickoxyd, freie Schwefelsäure neu gebildet wird:

$$2\,SO_2(OH)(ONO) + SO_2 + 2\,H_2O = 3\,SO_2(OH)_2 + 2\,NO.$$

Für gewöhnlich aber wird der Gloverthurm nicht in der eben erwähnten Art nur mit Nitrose gespeist; dies findet meist nur bei zeitweiligen Störungen oder aber da statt, wo die Gloversäure als zu unrein nicht zum Gebrauche kommen soll (s. u.), und der Apparat ist meist darauf eingerichtet, mit Nitrose resp. frischer Salpetersäure und Kammersäure zugleich versorgt zu werden, wobei dann nicht allein, wegen der größeren anfänglichen Verdünnung, die Denitrirung ganz vollständig vor sich geht, sondern auch, als angenehme Nebenwirkung, sämmtliche Kammersäure von 53° auf 62° B. (75° D.) concentrirt, und zugleich des unbedeutenden Salpetergehaltes, den sie meist besitzt, beraubt wird. Wenn man die Säure in den Kammern nicht, wie meist in England üblich, 53 bis 55° B. (= 58 bis $61\frac{1}{2}$° D.), sondern nur 50° B. (53° D.) stark werden läßt, so kann man sie trotzdem sämmtlich ohne alle Schwierigkeit auf 60° B. (71° D.) im Gloverthurme bringen, selbst wenn die Röstgase von Feinkies aus Etagenöfen genommen und durch Flugstaubkammern mithin etwas abgekühlt sind, vorausgesetzt, daß der Thurm dicht bei den Oefen steht. Dies geschieht z. B. in Außig. Daß die Denitrirung durch schweflige Säure in Folge der Verdünnung eine bessere wird, ist nach den oben ausführlich besprochenen Arbeiten von R. Weber, Cl. Winkler und den meinigen (S. 137 ff.) so selbstverständlich, daß hier nur auf dieselben verwiesen zu werden braucht.

Wo die Säure der ersten Kammer sehr stark gehalten wird (S. 417), wird die Säure im Gloverthurme natürlich noch viel stärker werden; sie würde dann unvollständig denitrirt werden und auch das Blei des Thurmes angreifen, weshalb man in diesem Falle etwas Wasser mit herunterlaufen läßt.

Man regulirt den Strom der Nitrose und denjenigen der Kammersäure ganz und gar nach dem Grade der Denitrirung und der Concentration, welche die unten am Gloverthurme ablaufende Säure zeigt. Je mehr Kammersäure man durchlaufen läßt, also je verdünnter man arbeitet, um so leichter wird die völlige Denitrirung sein; je weniger Kammersäure man nimmt, um so concentrirter wird die Säure unten ankommen. Es hat aber gar keine Schwierigkeit, beides zu erreichen, d. h. unten eine ganz denitrirte und dabei auf 62° B. (75° D.) concentrirte Säure zu erhalten, wenn man mit reichen Röstgasen arbeitet, und wenn man die Gase aus dem Kiesofen möglichst warm anwendet, bis 300° und darüber, indem man den Thurm nahe an denselben aufstellt. Bei armen Erzen, oder bei Feinkiesbrennern mit großen Flugstaubkammern wird man zwar auch noch vollständig denitriren, dann aber nicht so weit concentriren können.

Wenn man annimmt, daß eine der täglichen Production an Säure gleiche Menge im Gay-Lussacthurme zur Absorption verwendet wird, so wird man natürlich gerade dieselbe Menge von SO_4H_2 in Form von Kammersäure täglich durch den Gloverthurm zusammen mit der Nitrose laufen lassen können, also dem Volumen und Gewichte nach etwas mehr von der Kammersäure, welche ja verdünnter ist. Wenn man die Kammersäure im Durchschnitt = 55° B. oder 1,615 specif. Gew. (= 70 Proc. SO_4H_2) nimmt, wie das in England gewöhnlich ist (dies schadet um so weniger, als der bei größerer Concentration der Kammersäure ihr leicht beiwohnende Salpetergehalt im Gloverthurme entfernt und zu Nutze gemacht wird), so entsprechen 117 Gew.-Thle. derselben 100 Gew.-Thln.

Säure von 62° B. = 1,753 specif. Gew. = 81,7 Proc. SO_4H_2, oder 100 Vol. der letzteren entsprechen 128 Vol. der 55° Säure, und in diesem Verhältniß würde also der Strom der beiden Säuren sich mischen. Das Resultat würde ein oben in den Gloverthurm eintretendes Säuregemisch vom specif. Gew. 1,679 oder 58° B. sein, in welchem eben, namentlich in der Wärme, schweflige Säure schon vollständige Zersetzung der aufgelösten Nitrosylschwefelsäure bewirken kann. Wenn man weniger Gay-Lussacsäure, als oben angenommen, verwendet hat, so wird das Säuregemisch, welches in den Gloverthurm eintritt, geringeres specifisches Gewicht als 58° B. zeigen und sich um so leichter denitriren.

In der ersten Zeit, als man mit dem Gloverthurme arbeitete, glaubte man die beiden Säuren sich erst innerhalb des Thurmes mischen lassen zu dürfen, weil sie bei der Mischung schon Stickoxyd ausgäben. Auf diesem Principe beruhen auch noch der in der ersten Veröffentlichung des Verfassers über den Gloverthurm angegebene Mischapparat bei Luftausschluß (Dingl. polyt. Journ. **201**, 348), sowie die öfters dazu angewendeten Reactionsräder mit doppeltem Ausguß und gesonderten Vertheilungskammern und Röhren. Es geht aber aus obiger Berechnung hervor, daß das Gemisch beider Säuren zu gleichen Theilen, wenn man mit Kammersäure von 55° arbeitet und die tägliche Production von Säure einmal durch den Gay-Lussacthurm gehen läßt, 58° B. stark wird; in Säure von dieser Stärke ist aber die Nitrosylschwefelsäure noch vollkommen beständig, wenigstens bei gewöhnlicher Temperatur, und man kann, wie dies auch seit Jahren geschieht, ohne alle Gefahr eines Entweichens von Salpetergas die beiden Säuren sich schon außerhalb des Gloverthurmes mischen lassen, was zur Vereinfachung des Vertheilungsapparates wesentlich beiträgt. Selbst wenn nur die Hälfte der täglichen Gesammtproduction als Absorptionssäure gebraucht wird, so kommt das Gemisch von dieser mit sämmtlicher Kammersäure immer nur auf 1,656 specif. Gew. oder 57° B., eine ebenfalls noch ungefährliche Stärke. Sollte man jedoch etwa unter den hierfür ungünstigsten Verhältnissen arbeiten, so würde freilich die Vermischung außerhalb des Thurmes nicht zulässig sein. Zum Beispiel wenn die Kammersäure nur 50° B. = 1,53 specif. Gew. hat, so entsprechen 131 Gew.-Thle. davon 100 Gew.-Thln. 62° Säure, und wenn von letzterer nur das halbe Aequivalent im Gay-Lussacthurme verwendet wird, also auf 262 Gew.-Thle. der Kammersäure 100 Gew.-Thle. 62° Säure, so kommt die Dichtigkeit der Mischung auf 1,591 oder nicht ganz 54° B., bei welcher Stärke das Entweichen von Stickoxyd aus einer an Nitrosylschwefelsäure ziemlich reichen Lösung schon anfängt. Der angenommene Fall ist aber ein gewiß nur selten vorkommender; in allen gewöhnlichen Fällen kann die Mischung der Säuren unbedenklich außen stattfinden.

Uebrigens ist bei obiger Betrachtung der größere oder geringere Sättigungsgrad der Nitrose mit Salpeterverbindungen noch nicht in Betracht gezogen; je weniger Säure man verhältnißmäßig im Gay-Lussacthurme braucht, desto mehr wird sie mit Salpeterverbindungen gesättigt sein, und man wird dann freilich um so eher ein Entbinden von Gas beim Vermischen der Nitrose mit Kammersäure befürchten müssen.

Die Temperatur der aus dem Gloverthurm abfließenden Säure ist in der Regel 120 bis 130° C. Bei sehr intensivem Betriebe kann sie auf 140

und bisweilen ſogar auf 150° ſteigen; man hat daraus in den wenigen Fabriken, wo dies der Fall iſt, keinen Nachtheil erwachſen ſehen; doch wurde mir in einer Fabrik geſagt, man verbrauche immer etwas mehr Salpeter, ſo oft die abfließende Säure über 138° warm ſei. Jedenfalls reichten die vorhandenen Beobachtungen nicht aus, um dieſes Reſultat, mit Elimination aller ſtörenden Umſtände, als ſicher feſtſtellen zu können. Das oben aus dem Thurme entweichende Gas hat 50 bis 80° C.; es ſoll wo möglich nicht über 60° haben und iſt dann eine Abkühlung der in die Bleikammer führenden Leitungsröhre ganz überflüſſig.

Der von Bode beſchriebene Gloverthurm diente für eine Batterie von Graupenkiesöfen, zwiſchen welchen und dem Thurme eine geräumige Flugſtaubkammer angelegt war. Die Gaſe erreichten daher den Thurm mit nur 152 bis 180° C., und die Temperatur derſelben am Ausgange war zwiſchen 30 und 40°. Die ablaufende heiße Säure zeigte 96 bis 110°. Als dieſer Thurm nur zum Concentriren von Kammerſäure gebraucht wurde, verdampfte er täglich 610 kg Waſſer und producirte 2380 kg Säure von 60° B. = 71° D. aus Kammerſäure von 51° B. (54,5° D.). Dieſes entſpricht einer Kohlenerſparniß für Waſſerdampf, welchen man weniger zu erzeugen brauchte, von 75 kg per Tag. Als der Thurm zugleich zum Concentriren und Denitriren gebraucht wurde, lieferte er im Durchſchnitt täglich 2030 kg Säure von 60° B. (71° D.) und verdampfte 450 kg Waſſer (aus Kammerſäure von 51° B. = 54° D.); die Denitrirung war dabei ganz vollſtändig. Die Röſtgaſe hatten dabei $7^1/_2$ Proc. ſchweflige Säure. Natürlich ſind obige Reſultate ſehr viel ungünſtiger, als bei der gewöhnlichen Eintrittstemperatur von 300° (bis 400°). Uebrigens ſteigt auch im letzteren Falle die Temperatur der Austrittsgaſe nicht über 50 oder 60°. Ein ſolcher heißerer Thurm von 8,28 qm Querſchnitt verdampfte nach Vorſter (Dingl. polyt. Journ. **223**, 411) in 24 Stunden 1400 kg Waſſer; ein anderer von 4,55 qm Querſchnitt 1048 kg Waſſer, bei Röſtgaſen mit 8 Vol.-Proc. ſchwefliger Säure.

Nach Wunderlich (Zeitſchr. f. d. chem. Großgewerbe **1**, 74) ſcheinen die Gloverthürme nicht mehr mit Vortheil anwendbar, wenn die Temperatur der Röſtgaſe bei ihrem Eintritt in den Apparat unter 200° C. herabſinkt. Daſſelbe Urtheil, und zwar auf Grund derſelben (zu Oker gemachten) Erfahrungen, wird von Bräunning (a. a. O., S. 140) abgegeben. Nach ihm ſetzt man zu Oker in jedem Gloverthurme (von 5,25 m Höhe und quadratiſchem Querſchnitt von 1,75 m Seite) in 24 Stunden 6250 kg Säure von 60° B. durch, aber nur bei Bearbeitung von Kieſen oder „ordinären“ Kupfererzen; bei bleiiſchen Erzen ſinkt die Eingangstemperatur der Gaſe auf 230° und das Durchſetzquantum auf 3 Tons Säure von 60° B. (71° D.).

Ich muß aber trotzdem annehmen, daß eine ſo hohe Eintrittstemperatur für die Denitrirungsarbeit im Gloverthurme durchaus nicht nöthig iſt. Ich habe an verſchiedenen Orten ſolche Thürme getroffen, denen die Concentrationsarbeit durch auf den Gascanal und die Staubkammern geſetzte Pfannen ſo gut wie ganz abgenommen war, ſelbſtverſtändlich unter ganz bedeutender Temperaturerniedrigung der Gaſe, ohne daß die Denitrirung darunter gelitten hätte. In einem ſpeciellen, ſchon oben S. 532 erwähnten Falle, wo Gaſe mit nur 90° C. in ein ganz kleines

„Plattenthürmchen“ eintraten, aus dem ſie mit 60° C. austreten, wurde auf dem kurzen Wege von etwa 1 m vier Fünftel der ganzen Denitrirungsarbeit ausgeführt. In dieſem Falle kam es gerade darauf an, bei möglichſt niedriger Temperatur zu denitriren, weil das aus Gasreinigungsmaſſe ſtammende Röſtgas erhebliche Mengen von Ammoniak enthielt, welches bei höherer Temperatur auf die Stickſtoffoxyde wirken und ſich mit dieſen zuſammen unter Entwickelung von elementarem Stickſtoff zerſetzen würde.

In dem Rapport du Jury International (Paris 1891), S. 51 findet ſich die Angabe, daß in einer der der Geſellſchaft St. Gobain gehörenden Fabriken man ſich durch Entnahme von Gas- und Säureproben in verſchiedenen Höhen des Gloverthurmes davon überzeugt habe, daß die Denitrification der Nitroſe faſt augenblicklich von ſtatten gehe und 1 m unterhalb des Gasabzugsrohres ſchon ebenſo weit fortgeſchritten ſei, wie es überhaupt möglich iſt. Man wird denn doch dieſe Beobachtung keineswegs verallgemeinern dürfen; ſie kann nur unter ähnlichen, wie den dort vorhandenen Umſtänden, vielleicht bei großer Verdünnung mit Kammerſäure und heißen Gaſen, richtig ſein. Wenn auch, wie faſt immer in analogen Fällen, die Hauptarbeit der Denitrirung gleich in den oberſten Schichten des Thurmes vor ſich geht, ſo zeigt doch die ſonſtige allgemeine Erfahrung, daß auch da, wo der Gloverthurm gar nicht auf Concentration, ſondern nur auf Denitrirung beanſprucht wird, man zu vollſtändiger Verrichtung letzterer Arbeit eine Tiefe von mehreren Metern braucht.

Als bei Bode's Gloverthurme der Procentgehalt der Röſtgaſe durch einen Unfall längere Zeit auf nur ſechs bis fünf Volumprocente ſchwefliger Säure geſunken war, ergab ſich noch vollkommene Denitrirung und immer noch eine Verdampfung von 370 kg Waſſer täglich = 1700 kg Säure von 60° B. (71° D.). Bode berechnet daraus, daß ſelbſt für Röſtung der ärmſten überhaupt in Betracht kommenden Erze der Gloverthurm noch immer ein nützlicher Apparat iſt.

Haſenclever berichtet (Ber. d. deutſch. chem. Geſ. 1872, S. 506), daß der Gloverthurm ſich in Combination mit ſeinen Plattenöfen gut bewährt habe; daſſelbe habe ich in Verbindung mit den ſogenannten Malétra'ſchen Etagenöfen in einer ganzen Anzahl von Fabriken gefunden, wobei natürlich Staubkammern vorhanden ſein müſſen.

In den Fabriken, welche Schwefelſäure aus Rohſchwefel machen, findet man den Gloverthurm nicht ſo allgemein, wie in den mit Pyrit arbeitenden. Der Grund dafür kann nicht ungenügende Hitze der Gaſe ſein, wie die Praxis mehrerer großer Fabriken erweiſt, in denen Gloverthürme mit Schwefelöfen ausgezeichnet zuſammen arbeiten und alle ſonſt bei Schwefelkies gefundenen Vortheile ergeben. Zuweilen behauptet man, daß der höhere Werth der aus Rohſchwefel bereiteten gegenüber der Pyritſäure durch das aus dem Gloverthurme aufgenommene Eiſen beeinträchtigt werde; aber dies kann nur bei ungeeignetem Füllungsſtoffe geſchehen und kann ganz vermieden werden, wenn man die Arbeit des Thurmes auf Denitrirung beſchränkt und die Verkaufsſäure direct aus den Kammern oder aus Bleipfannen über den Oefen entnimmt (vergl. 11. Capitel). Der wirkliche Grund für die häufig vorkommende Vernachläſſigung des Gloverthurmes in mit Roh-

ſchwefel arbeitenden Fabriken iſt der, daß viele dieſer Fabriken klein und billig angelegt ſind und mit geringer Sachkenntniß betrieben werden, und daß man dort lieber Salpeter und Schwefelſäure verliert, als ſich mit Gloverthürmen abzumühen.

In einigen größeren amerikaniſchen Fabriken, welche nur ſicilianiſchen Rohſchwefel brennen, fand ich i. J. 1890 Gloverthürme in durchaus zufriedenſtellender Weiſe arbeitend, wobei die Verkaufsſäure durch die Hitze der Röſtgaſe von 50 auf 60° B. (von 53 auf 71° D.) concentrirt wurde, ehe die Gaſe in den Thurm eintreten; die Gloverſäure wurde nur für den Gay-Luſſacthurm benutzt, war aber ganz hinreichend nach Menge und Stärke (62° B. = 75° D.) und noch 126 bis 130° C. warm.

In größeren Fabriken, welche mehrere Gloverthürme beſitzen, iſt häufig die Einrichtung getroffen, daß ſie auf verſchiedene Arten benutzt werden, nämlich theils zur Darſtellung von Säure für die Speiſung der Gay-Luſſacthürme, theils für Säure zur Sulfatfabrikation u. ſ. w. Die für den Gay-Luſſac beſtimmte Säure ſollte ſo concentrirt als möglich und braucht nicht vollſtändig denitrirt zu ſein; man bewirkt dies, indem man nur wenig Kammerſäure zugleich mit der Nitroſe einlaufen läßt. Auf dieſem Wege geht eine große Menge Säure immer nur von einem Thurme zum anderen und zurück; aber da der Gloverthurm viel friſche Säure macht, ſo muß ein Theil derſelben jedenfalls anderweitig verwerthet werden. Die Säure zur Sulfatfabrikation, zum Verkauf u. ſ. w. ſoll dagegen vollſtändig denitrirt ſein, braucht aber nicht zu ſtark zu ſein, und wird zu dieſem Zwecke viel Kammerſäure mit der Nitroſe durch den Thurm geſchickt.

Andere Functionen des Gloverthurmes.

Wir haben ſchon früher (S. 522) die verſchiedenen Functionen, welche der Gloverthurm ausübt, kennen gelernt. Der Zweck, zu dem er urſprünglich conſtruirt wurde, die Denitrirung der Nitroſe, alſo die Wiedergewinnung des „Salpeters“ aus dieſer und die Zurückerſtattung deſſelben an die Kammern, wird, wie wir im Obigen geſehen haben, durch dieſen Apparat in vollkommenſter Weiſe und ohne irgend welche Mühe zu verurſachen, erreicht. Man kann den Thurm leicht in der Art führen, daß die Bodenſäure ſogar einen kleinen Ueberſchuß von SO_2 enthält (was übrigens mit einem geringen Rückhalt an N_2O_3 vereinbar iſt); auch iſt dafür keine ſehr hohe Temperatur erforderlich, beſonders wenn die Nitroſe mit Kammerſäure verdünnt iſt (vergl. S. 540). In manchen Fabriken wird in der That die Hitze der Pyrit- oder Schwefelöfen vorher zur Concentration von Schwefelſäure benutzt und die Gaſe gehen erſt dann in den Thurm, um dort die Denitrirungsarbeit zu verrichten, zugleich mit noch etwas weiterer Concentration der Säure, worauf ſie gehörig abgekühlt in die Kammern eintreten. Dieſes Verfahren empfiehlt ſich ganz beſonders für Fabriken, wo viel Säure verkauft oder bis auf 66° B. = 84° D. concentrirt wird, für welchen Zweck die Gloverthurmſäure zu unrein iſt (ſ. u.). Dieſer Fall tritt ferner bei ſtark arſenhaltigen Erzen ein, wo die Röſtgaſe behufs Entfernung der großen

Menge von Flugstaub sehr lange Canäle zu durchstreichen haben und sich dabei zu stark abkühlen (S. 274 und 432).

Daß die Furcht vor einem Verluste an Salpeter im Gloverthurme durch Reduction zu Stickoxydul oder Stickstoff vollständig unbegründet ist, ist früher nachgewiesen worden (S. 519). Weit weniger Salpeter wird jetzt in der Schwefelsäurefabrikation verbraucht, als vor Einführung der Gloverthürme, und der Unterschied ist in den meisten Fällen ein so starker gewesen, daß man an der Thatsache gar nicht zweifeln kann.

Die zweite Hauptfunction des Gloverthurms ist die der Concentration von Kammersäure, und diese ist innig verknüpft mit zwei weiteren Functionen: der Abkühlung der Gase und der Lieferung eines Theiles des zum Kammerbetriebe erforderlichen Wasserdampfes. Die concentrirende Wirkung des Gloverthurmes ist zuerst von Vorster studirt worden (Dingl. polyt. Journ. **213**, 413); aber seine Schlüsse können nicht angenommen werden, da er das in dem Röstgase enthaltene Schwefeltrioxyd und die in dem Thurme selbst gebildete Schwefelsäure völlig außer Acht läßt. Diese beiden Quellen sind in der von Scheurer-Kestner angestellten Untersuchung (Bull. Soc. Chim. **44**, 98) berücksichtigt worden. Aus seinen Analysen von Pyritofengasen erhellte es, daß diese bis zu 9 Proc., im Durchschnitt aber 3,5 Proc. des Schwefels als SO_3 enthielten. Da schon in der Verbrennungsluft und dem Pyrit genügend Feuchtigkeit zur Hydratirung dieses SO_3 vorhanden ist, so wird es sicher im Gloverthurme zurückgehalten. Er zeigt auch den Irrthum in Vorster's Berechnungen, aus denen Letzterer folgerte, daß in dem Thurme sehr wenig Säure neu gebildet wird, und er setzt dem nicht nur die praktische Erfahrung entgegen, wonach die Einrichtung eines Gloverthurmes 10 bis 20 Proc. an Kammerraum erspart, sondern auch einige mit einem wirklichen Gloverthurme in Thann im Großen durchgeführte Specialversuche, wobei einige Wochen lang der Ueberschuß der Säure, welche aus dem Thurme herauskam, über die in denselben hineingehende Säure sorgfältig gemessen wurde. Man fand auf diesem Wege, daß der Gloverthurm 15,7 bis 16,3 Proc. der gesammten in dem System fabricirten Säure machte. Hierzu sollte man noch die im Thurme verflüchtigte oder mechanisch in die Kammern hinübergerissene Säure rechnen, deren Menge nur theilweise durch Messung des im Verbindungsrohre Verdichteten ermittelt werden konnte; der betreffende Betrag von 2 bis $2^1/_2$ Proc. bringt die Wirkung des Thurmes auf 17 bis 19 Proc. von der Gesammtwirkung des Kammersystems. Dieser Schluß wurde durch das Ergebniß längeren Betriebes der Fabrikation vollkommen bestätigt; denn dasselbe Kammersystem, welches früher in 24 Stunden 6 Tons H_2SO_4 gemacht hatte, producirte nach Hinzufügung eines Gloverthurmes 7,28 Tons, also 17,5 Proc. mehr als früher.

Die in dem Gloverthurme wahrgenommene Concentration der Säure ist mithin großentheils nur eine scheinbare; sie ist nicht allein auf die Verflüchtigung von Wasser zurückzuführen, welche allerdings in erheblichem Maßstabe stattfindet, sondern auch auf die Bildung von viel neuer Schwefelsäure, welche sich in der zur Berieselung verwendeten Säure auflöst und deren Stärke erhöht, sowie auch auf die Zurückhaltung von Schwefelsäureanhydrid aus den Röstgasen.

In einem schon mehrfach erwähnten Aufsatze (Bull. Soc. Ind. Mulhouse 1889, p. 275) hat Sorel versucht, die Function eines Gloverthurmes, soweit sie die Neubildung von Schwefelsäure betrifft, durch eingehende Rechnungen zu verfolgen. Wir lassen den größten Theil derselben fort, da er gleich anfangs mehrere erhebliche Rechnungsirrthümer begeht, welche seine Zahlen theilweise um ihren vier- bis fünffachen Betrag abändern. Dies gilt besonders von Sorel's Berechnung, wie vielmal die Salpetergase während ihres Durchganges durch den Thurm in Reaction treten, und von der durch diese Reaction in Anspruch genommenen Zeit; wir werden dies daher durch eine neue Rechnung auf Grundlage der auf S. 429 angeführten Zahlen ersetzen, welche die dem Thurme in einer oder der anderen Form in gut geleiteten Fabriken wirklich zugeführte Menge von Salpeter anzeigen. Wir fanden dort, daß für je 100 Thle. in 24 Stunden verbranntem Schwefel die Kammern das Aequivalent von 10,25 Thln. käuflichen Chilisalpeters empfangen, wovon $^5/_7 = 7{,}32$ Thle. in Form von Nitrose und $^2/_7 = 2{,}93$ Thle. in der von frischer Salpetersäure. Diese würden bei Reduction zu Stickoxyd für je 1000 kg verbranntem Schwefel die folgenden Mengen Sauerstoff abgeben:

73,2 kg 96 procentiger Salpeter in Form von Nitrose giebt ab

$$\frac{73{,}2 \times 8 \times 0{,}96}{85} = 6{,}61 \text{ kg Sauerstoff,}$$

29,3 kg Salpeter in Form von Salpetersäure giebt

$$\frac{29{,}3 \times 24 \times 0{,}96}{85} = 7{,}94 \text{ kg Sauerstoff,}$$

zusammen 14,55 kg Sauerstoff.

Nun oxydiren 16 Thle. Sauerstoff je 32 Thle. Schwefel, welcher in Form von SO_2 in den Thurm eintritt, zu H_2SO_4. Daher würden die obigen 14,55 kg Salpeter-Sauerstoff Schwefelsäure aus 29,1 kg Schwefel erzeugen, wenn dieser Sauerstoff nur einmal wirkte. In Wahrheit werden aber in dem Thurme bis zu 250 von den gesammten 1000 kg Schwefel in Schwefelsäure verwandelt, allerdings einschließlich des von den Pyritöfen fertig herkommenden SO_3; aber da aus dieser Quelle durchschnittlich nur 3,5 SO_3 auf 100 S kommen (s. o.), so dürfen wir sicher annehmen, daß in dem Thurme wirklich 200 kg als SO_2 vorhandener Schwefel weiter oxydirt werden, daß also $200 - 29{,}1 = 170{,}9$ kg Schwefel durch erneuerte Wirkung der Salpetergase oxydirt werden müssen. Wenn wir ferner bedenken, daß die Salpetersäure zu Stickoxyd reducirt wird und daß dieses bei den weiteren Reactionen nur den der salpetrigen Säure entsprechenden Sauerstoff auf SO_2 überträgt, so sehen wir, daß der durch jede einzelne Wirkung der vorhandenen Salpetergase übertragbare Sauerstoff nur $6{,}61 + 2{,}21 = 8{,}82$ kg, gleichwerthig mit der Bildung von Schwefelsäure aus 17,64 kg Schwefel, ausmacht. Demnach müssen im Gloverthurm $\frac{170{,}9}{17{,}64}$ oder rund zehn aufeinanderfolgende Sauerstoffüber-

tragungen auf SO_2 nach der ersten Wirkung des eingeführten Salpeters, zusammen also elf, stattgefunden haben.

Wir können auch die für jede solche Uebertragung beanspruchte Zeit berechnen. Der Cubikinhalt eines gewöhnlichen Gloverthurmes innerhalb der Füllung von den Rosten bis zur Decke schwankt von 5 bis höchstens 9,5 cbm für jede in 24 Stunden verbrannte Tonne Schwefel. Nehmen wir, was sehr häufig vorkommt, den Innenraum = 6 cbm pro Ton Schwefel an und ziehen wir davon 50 Proc. für die Füllung mit Kieseln, Ziegeln u. dergl. ab (was aber zu wenig ist); nehmen wir ferner an, daß die Denitrirung in der halben Höhe des Thurmes schon so gut wie beendigt ist (was eine durchaus zulässige Annahme ist), so bekommen wir den Betrag von $\frac{6}{4} = 1{,}5$ cbm als den leeren Raum, in welchen die säurebildenden Reactionen eintreten. Nun beträgt das Volum der durch die Verbrennung von 1000 kg Pyritschwefel bei normalem Betriebe erzeugten Röstgase, wie S. 285 gezeigt worden ist, etwa 8144 cbm, berechnet für 0^0 und 760 mm. Hiervon müssen wir die durch die Bildung von H_2SO_4 etwa bis zur Mitte der Denitrirungszone verbrauchten Gase abziehen, nämlich $^1/_{10}$ der Gesammt-SO_2 = 70 cbm und die entsprechende Menge Sauerstoff = 35 cbm, was 8039 cbm, oder rund 8000 cbm Gas von 0^0 und 760 mm Druck übrig läßt. Da die Durchschnittstemperatur der denitrirenden Zone etwa 90^0 beträgt, so nimmt obige Menge Gas in Wirklichkeit einen Raum von etwa 10 637 cbm oder $\frac{10700}{1{,}5} = 7091$ mal den Raum der activ denitrirenden Zone des Gloverthurmes ein, und mithin beträgt der Aufenthalt der Gase in diesem Raume $\frac{24 \times 60 \times 60}{7091}$ oder fast genau 12 Secunden. Wir haben aber gesehen, daß in dem Thurme 11 verschiedene Wirkungen der Salpetergase auf die SO_2 auf einander folgen; daher kann jede solche Wirkung, bestehend nach der alten Theorie aus einer Oxydation und einer Reduction, oder nach der im nächsten Capitel zu entwickelnden neueren Theorie aus der Bildung und Spaltung von Nitrosylschwefelsäure, nicht viel über eine Secunde Zeit beanspruchen.

Wir können aus den festgestellten Thatsachen noch einen anderen Schluß ziehen. Der gewöhnlich angenommene Kammerraum beträgt 1,2 cbm für jedes in 24 Stunden verbrannte Kilogramm Schwefel, oder 1200 cbm für 1000 kg Schwefel. Von diesen wird $^1/_5 = 200$ kg im Gloverthurme zu Schwefelsäure oxydirt, was 800 kg für die Kammern übrig läßt. Dies bedeutet, daß 1,5 cbm „activer" Gloverthurmraum (d. h. der Raum innerhalb des Futters vom Rost bis zur Oberseite der Füllung) Säure aus 200 kg Schwefel macht, also 1000 kg in 7,5 cbm activem Gloverthurmraum, während die 1200 cbm Kammerraum nur Säure aus 800 kg Schwefel machen, also 1000 kg Schwefel 1500 kg Cubikmeter Kammerraum beanspruchen. In anderen Worten: *Die Denitrirungszone des Gloverthurmes macht also 200mal so viel Säure als ein gleicher Cubus Kammerraum.* Nehmen wir den geringsten in Deutschland oder England gestatteten Kammerraum, nämlich 1 cbm pro Kilogramm Schwefel, so wird in der Kammer 800 kg Schwefel auf 1000 cbm,

also 1000 kg Schwefel auf 1250 cbm gemacht, was etwa $^1/_{70}$ von der Wirksamkeit des Gloverthurmes ausmacht [1]).

Man wird jetzt besser verstehen, warum ich empfehle, einen großen Theil des Kammerraumes durch Apparate zu ersetzen, welche in ähnlich energischer Weise wie Gloverthürme arbeiten, nämlich die „Plattenthürme“ (S. 347 ff.).

Diese enorme Wirkung des Gloverthurmes ist erklärlich durch die Annahme, daß das im unteren Theile der Denitrirungszone nach der Gleichung:

$$2\,SO_5NH + SO_2 + 2\,H_2O = 3\,SO_4H_2 + 2\,NO$$

frei werdende Stickoxyd in dem oberen Theile derselben wieder durch die Reaction:

$$2\,NO + 2\,SO_2 + H_2O + 3\,O = 2\,SO_5NH$$

fixirt wird; die auf diesem Wege neugebildete Nitrosylschwefelsäure wird beim Herabtropfen in die unteren Regionen wieder denitrirt, Stickoxyd wird wieder frei, und indem es so wie ein Weberschiffchen unaufhörlich hin und zurückfliegt, überträgt es fortwährend und schnell Sauerstoff auf die im Pyritofengase ankommende Schwefligsäure. Diese, natürlich in den Kammern ebenso vor sich gehende Wirkung wird im Gloverthurme außerordentlich befördert durch die fortwährende Mischung der Gase und ihr fortwährendes Anprallen gegen mit Nitrose benetzte Oberflächen. Die große, durch die chemischen Reactionen frei werdende Wärme kann doch keine bedeutende Temperaturerhöhung bewirken, da diese Wärme zur Verdampfung von Wasser aus der heruntertropfenden Säure verwendet wird, wobei die Säure, wie früher erwähnt, sich concentrirt.

Die Folgerung, daß man ja statt der Kammern nur einen hinreichend großen Gloverthurm anzuwenden brauche, läßt sich nicht ziehen. Wenn der Thurm zu hoch ist und sein Obertheil zu kalt gehalten wird (was aus dem Ersteren folgt), so wird darin weit weniger als die oben herausgerechnete Menge von Arbeit geleistet werden. In diesem Falle wird viel von dem unten erzeugten Wasserdampfe weiter oben sich verdichten; dies wird die Denitrirung schon ganz oben befördern, und das hier frei werdende Stickoxyd wird gleich in die Kammer hinübergeführt werden, ohne die oben beschriebene vielfache Arbeit zu verrichten. Die Erfahrung hat in der That schon längst gezeigt, daß die Gloverthürme eine gewisse Höhe (6 bis 7,5 m) nicht überschreiten sollten, um die bestmögliche Arbeitsleistung, sowohl in Bezug auf Verdampfung als auf Neubildung von Säure, zu thun. Aber Sorel geht nach meiner Meinung viel zu weit, wenn er räth, die Gloverthürme so heiß wie möglich zu halten und sie mit möglichst concentrirter Säure zu speisen. Er beachtet dabei nur eine, und zwar die entschieden minder wichtige Seite des Gegenstandes, daß man nämlich im Gloverthurme eine möglichst große Säureproduction durch langes Zurückhalten der Salpetergase erreichen solle. Dabei vernachlässigt er aber zwei andere, weit wichtigere Rücksichten: erstens, daß nämlich bei der von ihm vorgeschlagenen Betriebsweise die Denitrirungsarbeit bedeutend geschädigt und

[1]) Diese Berechnungen sind richtiger, als die von mir in der Zeitschr. f. angew. Chemie 1889, S. 388, auf Grundlage von Sorel's zum Theil zweifelhaften Angaben und irrigen Rechnungen angestellten.

mithin die unten ablaufende Säure viel Salpeter wegführen wird; zweitens, daß durch die große Hitze und die starke Concentration der Säure die Lebensdauer des Thurmes sehr abgekürzt wird. Sorel's Vorschlag stört sowohl die vollständige Denitrirung der Nitrose, als auch die Aufgabe des Gloverthurmes, die Säure gerade auf die für so viele Zwecke passendste Stärke von 60 bis 62° B. (71 bis 75° D.) zu bringen, nur um etwas mehr Schwefligsäure durch die Kammern hindurch zu bringen, als sie sonst bewältigen könnten; aber dieses Ergebniß scheint durch die eben erwähnten Schattenseiten zu theuer erkauft zu sein.

Zwei Nachtheile giebt es freilich bei Anwendung des Gloverthurmes, von denen der eine nur temporär, der andere aber bleibend ist. Die zur Füllung des Gay-Lussac- und zum Theil des Gloverthurmes benutzten Koks theilen namentlich zu Anfang der Säure eine braune Farbe durch organische Substanzen mit, welche für ihre technische Anwendung fast ganz unwesentlich ist, aber ihrer Verkäuflichkeit schadet. Nach einiger Zeit verschwindet dies aber, und die aus dem Gloverthurme ablaufende starke Säure ist dann völlig wasserhell und wird wegen ihrer stark lichtbrechenden, öligen Beschaffenheit von den Arbeitern in England mit „Whiskey" verglichen.

Bleibend dagegen ist die Verunreinigung mit Eisen, welche etwas stärker ist, als bei der aus demselben Kies in gewöhnlichen Kammern erzeugten Schwefelsäure, gerade darum, weil der Thurm zugleich als Flugstaubaufhalter dient. Immerhin wird diese Verunreinigung mit Eisen noch weniger betragen, als bei Säure, die aus Staubkies mit Gerstenhöfer'schen Oefen erzeugt ist (Bode). Nach Hasenclever enthält seine Gloverthurmsäure 0,05 Proc. Eisen (Berl. Ber. 1872, S. 506).

Außer Eisen enthält die Gloverthurmsäure oft erhebliche Mengen von Thonerde, im Verhältniß zu der größeren oder geringeren Angreifbarkeit des zur Fütterung und Füllung verwendeten Materials.

Die im Thurme angesammelte Menge von Flugstaub und der daselbst gebildeten Sulfate von Eisen und Thonerde sind oft so bedeutend, daß man den Thurm nicht längere Zeit betreiben kann, ohne ihn hin und wieder durch einen starken Strahl Wasser auszuspülen. Aber auf die Länge reicht dies nicht hin; die Zwischenräume verstopfen sich durch harte Krusten, und der Thurm muß der unangenehmen und kostspieligen Operation einer Neufüllung unterworfen werden. Es bezahlt sich daher, ein möglichst wenig angreifbares Material zu seiner Fütterung und Füllung zu verwenden.

Eine interessante Anwendung des Gloverthurmes ist die zur Verwerthung der in der Nitroglycerin- und Nitrobenzolrückstandsäure enthaltenen Stickstoff-Sauerstoffverbindungen; man macht diese in der chemischen Fabrik in Schönebeck und an vielen anderen Orten dadurch nutzbar, daß man diese Säure im Gloverthurme herabfließen läßt und dadurch denitrirt.

Wo man die Gloverthurmsäure, abgesehen von der Bedienung des Gay-Lussacthurmes, nur zur Darstellung von Sulfat, Superphosphat und für viele andere Zwecke gebraucht, sind ihre Verunreinigungen nicht schädlich. Aber man kann sie nicht für solche Zwecke verwenden, bei denen jene Verunreinigungen im Wege sein würden, und im Besonderen nicht für die weitere Concentration

der Säure in Glas- oder Platinretorten, weil sich dann harte, fest anhaftende Krusten von Ferrisulfat bilden. Selbst dann braucht man auf die Anwendung des Gloverthurmes keineswegs zu verzichten, aber man muß ihn entweder nur als Denitrirungsapparat behandeln, indem man die Hitze der Gase schon vorher zur Concentration der Säure verwendet (vergl. S. 542 und 11. Capitel); oder aber man muß die zur Fabrikation von 66 grädiger Säure und für analoge Zwecke bestimmte Säure aus der ersten Kammer direct entnehmen, ohne sie durch den Gloverthurm durchgehen zu lassen. Uebrigens können einige der neuesten Schwefelsäure-Concentrationsapparate, wie derjenige von Négrier und der neueste von L. Keßler (vergl. 11. Capitel), auch die Gloverthurmsäure verarbeiten.

Der Vorschlag von Garroway (Engl. Pat. Nr. 1673, 1883), die Denitrirung und Concentration der Säure ohne einen Gloverthurm mittelst Thonschalen zu bewirken, welche in dem Gascanale zwischen den Pyritöfen und der ersten Kammer aufgestellt werden, bietet sehr wenig Aussicht auf Erfolg.

Windus (Engl. Pat. Nr. 367, 1882) will die Nitrose, statt im Gloverthurme, in den Kammern selbst dadurch denitriren, daß man sie in Bewegung versetzt und die Entwickelung der Gase durch Luftverdünnung befördert. Die Bewegung soll auf mechanischem Wege oder dadurch bewirkt werden, daß man die Säure in dünnen Strahlen in die Bodensäure einfallen läßt. Es ist unnöthig, zu bemerken, daß es unmöglich ist, auf diesem Wege eine Denitrirung zu bewirken.

Deutsche Elektrotechnik-