

## Beschreibung der Apparate und des Ganges der Arbeit.

**Liebig's Methode.** Die erste zur fabrikmässigen Benutzung sich eignende Methode der Darstellung von chlorsaurem Kali rührt von Liebig her\*): Man soll danach ein Gemenge von 1 Mol. K Cl. mit 3 Mol. Ca O mit Wasser zu einem dünnen Brei anrühren, diesen mit Chlor sättigen, filtrieren und aus der Lösung, welche nur Kaliumchlorat und Chlорcalcium enthält, das erstere durch Abdampfen und Krystallisieren gewinnen. Die jetzt übliche Methode unterscheidet sich hiervon nur dadurch, daß man das Chlorkalium später zusetzt, meist sogar erst nach erfolgter Sättigung des Kalkes mit Chlor.

Eine Fabrik in St. Helens, Lancashire, setzte das Chlorkalium noch bis in die Mitte der siebziger Jahre der Kalkmilch in den Absorptionsgefäßen zu.

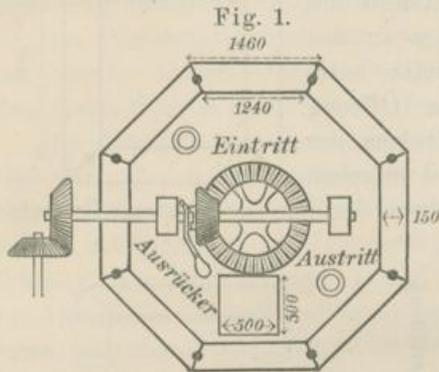
Der Hauptvorteil der Liebig'schen Methode besteht darin, daß die Sättigung mit Chlor nahezu theoretisch verläuft, und man nur wenig mehr als 5 Mol. Chlorid für 1 Mol. Chlorat erhält.

**Fabrikation.** Um aber bei der Fabrikation von chlorsaurem Kali auch möglichst wenig Chlorkalium zu verbrauchen, bereitet man in manchen Fabriken schon seit Mitte der sechziger Jahre zunächst eine Lösung von chlorsaurem Kalk und zersetzt dieselbe dann später mit Chlorkalium.

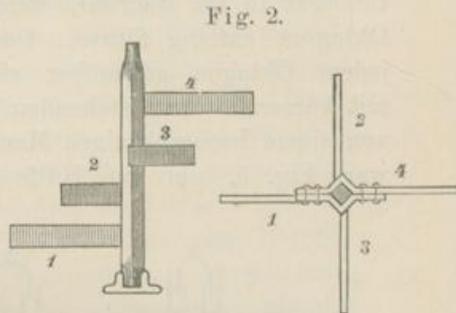
**Oktagons.** Die Bereitung der Chloratrolauge geschah früher in achteckigen, aus Sandsteinplatten zusammengesetzten Gefäßen, welche

\*) Ann. Pharm. XLI, 307; und Magazin für Pharmacie, 35, p. 225.

die Bezeichnung „Oktagons“ führten. Siehe Fig. 1. Diese Benennung wurde ihrer Kürze halber auch später beibehalten, als man die Sandsteingefäße durch gusseiserne Gefäße ersetzte. Im

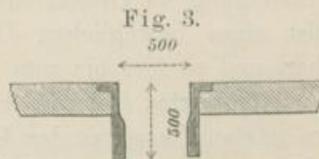


Ansicht eines Oktagons von oben  
(die Seitenwände im Querschnitt).



Stellung der Agitatorarme.  
Die Befestigungsart ist blofs beim obersten Arme angedeutet.

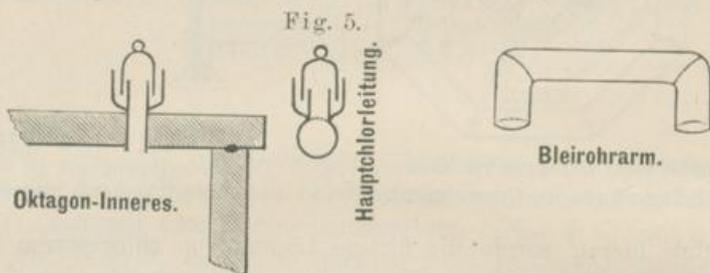
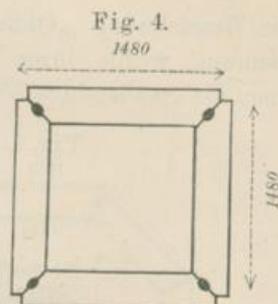
Anschluß hieran wurde die fertige Lösung von chlorsaurem Kalk oder Chloratrolauge kurz Oktagonlauge genannt. In der Fabrik der Herren James Muspratt & Sons in Widnes, Lancashire, waren sieben solcher Oktagons vorhanden, welche hintereinander verbunden wurden. Jedes hatte einen inneren Raumgehalt von etwa 7000 Litern und war mit einem Agitator, Fig. 2, versehen, welcher 20 Umdrehungen pro Minute machte. Das Horizontalzahnrad hatte 40 cm, das vertikale konische Zahnrad 22 cm Durchmesser. Die Längstriebachse war 7 cm. stark. Der Sandsteindeckel eines jeden Oktagons hatte ein Mannloch von 50 cm im Quadrat, welches auch zugleich als Beschickungsöffnung diente. In jedes Mannloch war ein gusseiserner Taucher eingesetzt, welcher bis in die Flüssigkeit hinabreichte und dadurch einen hydraulischen Verschluss bewirkte. Der Taucher war 50 cm. tief, war oben mit einem 44 mm breiten Rande versehen und hatte im oberen Teil eine Gußstärke von 19 mm, im unteren eine solche von 22 mm wegen der stärkeren Abnutzung. Siehe Fig. 3.



Mannlochtaucher.

Das Chlorgas wurde vom Weldon-Prozess durch ein Blei-Chlorleitung. Rohr von 11 cm äußerem Durchmesser herbeigeleitet, und trat zuerst in einen Trog aus Sandsteinplatten ein, um mechanisch mitgerissene Manganlösung und etwaige Salzsäure abzuscheiden. Dies

Trockengefäß war 1,37 m hoch und aus 15 cm starken Sandsteinplatten zusammengesetzt, Fig. 4. Dasselbe wurde alle 10 Tage einmal entleert. Von hier aus gelangte das Chlorgas in ein Bleirohr, welches an den Oktagons entlang führte. Dasselbe hatte jedem Oktagon gegenüber eine Öffnung mit kurzem aufrechtstehenden Stutzen, der von einem becherförmigen Mantel umgeben war, Fig. 5, um mit Hilfe eines darüber gestürzten Deckels



einen hydraulischen Verschluss herstellen zu können. Statt der Dichtung durch Flüssigkeit zog man jedoch eine Dichtung durch feucht gehaltenen Lehm vor. Jedes Octagon hatte in seinem Deckel eine Öffnung für den Eintritt des Chlorgases mit ebensolcher Bleiarmatur. Mit Hilfe eines beweglichen Bleirohrarmes konnte man nach Aufhebung der entsprechenden Deckel das Chlorgas in jedes beliebige Oktagon einleiten, welches gerade zuerst das starke Chlorgas erhalten sollte. Und zwar trat das Chlorgas nur auf die Oberfläche der Flüssigkeit, welche durch die starke Agitation und die Wirbel am Mannlochaucher rein erhalten wurde. Das nicht absorbierte Chlor trat durch die Austrittsöffnung im Deckel des Oktagons mit ähnlicher Armatur mittelst eines beweglichen Bleirohrarmes in das nächste Oktagon über, und so fort bis zum letzten Oktagon, aus welchem es durch ein aufgesetztes Rohr in die freie Luft entwich. Zur Verbindung des letzten Oktagons der Reihe mit dem ersten führte ein Bleirohr neben der Hauptchlorleitung entlang mit zwei Armaturen für Eintritt und Austritt.

Die Rührwerke in 5 Oktagons wurden durch eine liegende Dampfmaschine getrieben, deren Dampfzylinder bei einem äußeren Durchmesser von 24 cm eine Länge von 65 cm besaß. Dampf von 3 Atmosphären Überdruck wurde durch ein Rohr von 10 cm

äußerem Durchmesser zugeführt. Das Schwungrad hatte einen Durchmesser von 1,6 m. Die Haupttriebwellen bis zur ersten Übersetzung war 9 cm stark. Die beiden anderen Oktagons wurden durch eine besondere kleinere Maschine betrieben.

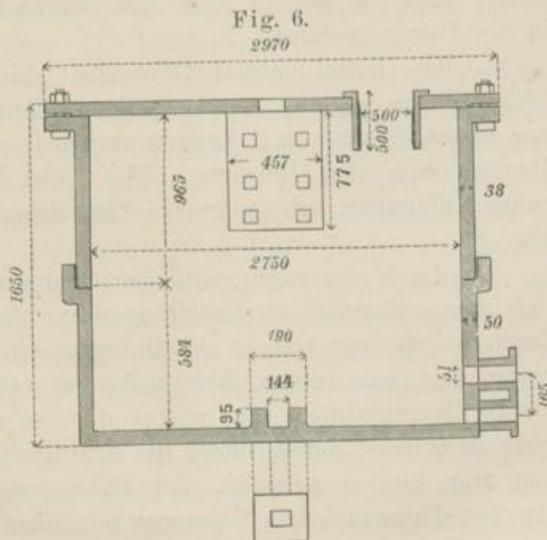
Das Wasserzuführungsrohr zum Beschicken der Oktagons war 6 cm stark. Durch einen entsprechend weiten Gummischlauch konnte das Wasser nach jedem einzelnen Oktagon geleitet werden.

Die Oktagons aus Sandstein hatten jedoch zwei große Nachteile, die mit der Zeit immer lästiger wurden. Einmal waren sie schwer dauernd in dichtem Zustande zu erhalten und gaben daher häufig zu Chlorverlusten Veranlassung; und dann erforderte jedes Oktagon eine unabhängige Aufstellung. Da aber zum Betriebe der Agitatoren eine Transmission und Zahnradübertragungen nötig waren, die eine unverrückbare Stellung der Oktagons zu einander und zur Transmissionswelle voraussetzten, so erlitten alle Maschinenteile eine unverhältnismäßige Abnutzung infolge der unregelmäßigen Senkungen und Verschiebungen der einzelnen Oktagons. Die fortwährenden Erschütterungen durch die Agitation ließen auch die Stützlager auf den Deckeln der Oktagons sehr bald locker werden.

Man ersetzte daher seit Anfang der siebziger Jahre nach und nach die alten Oktagons aus Sandsteinplatten durch runde

gufseiserne Gefäße, für welche man die Bezeichnung Oktagon beibehielt und welche durch angegossene Stirnplatten der Reihe nach fest miteinander verbunden werden konnten. Die älteste Form dieser gufeisernen Gefäße stellt Fig. 6 dar. Während die alten Oktagons nur vier Flügel in Kreuzstellung hatten, gab man dem Agitator

in den neueren mehr Arme, aber schmälere. Der quadratische Sockel am Boden diente zur Aufnahme des Zapfenlagers für den



Neuere Oktagons.

Schaft des Rührwerkes. Von den beiden Ausflußöffnungen am Boden diente die obere zum Ablassen der fertigen Lauge, und die untere zum völligen Entleeren des Gefäßes, wurde aber nur selten gebraucht.

Neueste  
Oktagons.

Als der Hurter-Deacon'sche Prozeß der Chlordarstellung in seiner ersten Form zur Ausführung gelangte, in den Jahren 1873—1875, stellten die Herren James Muspratt & Sons in Widnes für dies verdünnte Chlorgas vier noch etwas grössere Oktagons auf, die sich von den älteren hauptsächlich durch die Konstruktion des Deckels und des Bodens unterschieden. Siehe Tafel I, Fig. 7 und 8. Der Deckel erforderte grössere Öffnungen, eine tiefer hinabreichende Stopfbüchse des Rührschafes und eine besondere Konstruktion des Mannloches, um dasselbe verschliessen zu können. In der Konstruktion des Bodens ahmte man die natürliche Oberfläche des in den älteren Oktagons sich ansammelnden Bodensatzes nach.

Jedes dieser neuesten Oktagons bestand aus drei Stücken: einer unteren tiefen runden Schale mit zwei Ausflußöffnungen im Gewichte von 3632 kg, einem cylindrischen mittleren Teile mit angegossenen Stirnplatten, 2591 kg wiegend, und dem Deckel mit angegossenen Leisten, 2921 kg schwer.

Das Gesamtgewicht eines solchen Oktagons ohne Armaturen betrug 9144 kg oder 9 Tons und wurde zum Preise von £ 145 in die Fabrik geliefert.

Jeder Deckel hatte 6 Öffnungen: Ein quadratisches Mannloch, welches zugleich als Beschickungsöffnung diente, und welches von einem Kranz von 2 Leisten umgeben war zur Aufnahme des Deckels oder des Tauchers, siehe Tafel I, Fig. 9—11, und 5 runde Öffnungen mit aufrecht stehendem Rande, siehe Tafel I, Fig. 12.

Da das Hurter-Deacon'sche Chlorgas sehr verdünnt ist, so liefs man anfänglich die Zuleitungsröhre von etwa 30 cm Weite, durch welche das Gas in die Oktagons eintrat, in die Kalkmilch eintauchen, um bessere Absorption zu erhalten. Man wendete hierzu Bleirohrstutzen an, welche das Gas zwangen, 5 bis 15 cm hoch in grossen Blasen durch die Flüssigkeit aufzusteigen. Aber man war hierbei genötigt, den Exhaustor am Ende des ganzen Hurter-Deacon'schen Gasweges mit einer Saugkraft von 17 bis 30 cm Wassersäule arbeiten zu lassen, und ausserdem wurden die Bleitaucher sehr schnell zerfressen, so dafs eine grosse Unregelmässigkeit des Gasstromes nicht zu vermeiden war. Man ersetzte

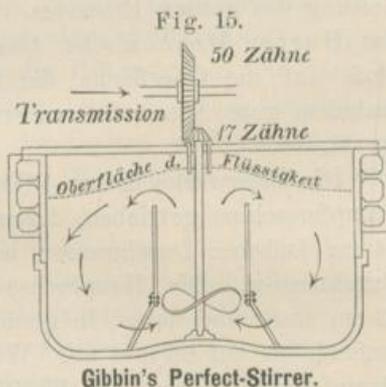
daher zunächst die Bleitaucher durch Taucher aus Gufseisen, siehe Tafel I, Fig. 13, welche in alle Gaseintrittsöffnungen eingesetzt wurden. Die Bleizuführungsröhre umgab den oberen Teil des Gufsstückes und war mit Kitt gedichtet. Diese Taucher hatten außerdem den Vorteil, den auf der Oberfläche der Flüssigkeit schwimmenden Schaum zerreißen zu helfen. Aber auch diese Art der Arbeit, bei der man die Mannlöcher geschlossen halten mußte, hatte wegen des hohen Vakuums, welches man dabei anzuwenden gezwungen war, so viele Nachteile für die regelmäßige Leitung des ganzen Processes, daß man sich seit 1880 entschloß, das Hurter-Deacon'sche Gas ebenso wie das Weldon-Gas bloß auf die Oberfläche der Flüssigkeit zu leiten. Um aber trotzdem gute Absorption zu erzielen, mußte man die Agitation verstärken.

Die Rührwerke dieser 4 Oktagons wurden durch eine liegende Dampfmaschine getrieben, deren Dampfzylinder 83 cm Länge und 34 cm äußeren Durchmesser hatte. Das Schwungrad hatte 2 m Durchmesser. Die Hauptachse bis zur ersten Kuppelung war 13 cm stark und nahm, in gerader Linie über den Oktagon hinlaufend, bis auf 63 mm ab. Während diese Maschine bei einer Dampfspannung von  $2\frac{1}{2}$  bis 3 Atmosphären Überdruck für die zu leistende Arbeit zu stark war, stellte sich die Transmissionswelle von 65 bis 63 mm als zu schwach heraus und hätte 90 bis 70 mm stark sein sollen. Die Welle hatte zwischen je 2 Oktagons eine Kuppelung, und war auf jedem Deckel durch 2 Stützlager gehalten. Jedes Rührwerk trug über dem Deckel des Oktagons ein horizontales konisches Zahnrad von 78 cm Durchmesser mit 84 Zähnen, in welches ein auf der Triebwelle befestigtes, ausrückbares konisches Zahnrad von 44 cm Durchmesser mit 40 Zähnen eingriff. Der Rührschaft selbst hatte im Innern des Gefäßes einen quadratischen Querschnitt, um die Rührarme befestigen zu können. Es waren 3 Doppelarme vorhanden, die sich unter  $60^\circ$  kreuzten. Dieselben waren etwas windschief gebogen, um bei der Umdrehung aufsteigende Wirbel zu verursachen. Siehe Tafel I, Fig. 14.

Seitdem man das Gas nur auf die Oberfläche der Flüssigkeit leitete und mit offenem Mannloch arbeitete, hatte man nicht eher gute Absorption, als bis das Rührwerk 20 Umdrehungen pro Minute machte. Hierbei war das Hindernis des Mannlochtauchers genügend, um den auf der Oberfläche der Flüssigkeit sich bildenden Schaum zu zerstören.

Bei dieser Art der Agitation nimmt die Oberfläche der Flüssigkeit eine trichterartige Vertiefung an; ein Grund mehr, um die Stopfbüchse des Schaftes tief hinabreichen zu lassen. Denn da im Hurter-Deacon'schen Gaswege stets ein geringerer Druck vorhanden war, als in der äußeren Atmosphäre, so trat durch jede Undichtigkeit der Stopfbüchse Luft in das Innere der Oktagons, verdünnte das Chlor noch mehr und belastete den Exhaustor unnötigerweise. Es war daher wichtig, die Stopfbüchse stets so tief in die Flüssigkeit eintauchen zu lassen, daß ein Wasserverschluß hergestellt wurde. Da dies aber wegen der Anbringung der Rührarme eine Grenze hatte, so wurde 1881 eines der 4 Oktagons mit Schiffsschraubenagitation versehen, Fig. 15. Auf der horizontalen Welle wurde ein vertikales Rad mit 50 Zähnen befestigt, welches in ein kleines horizontales Rad am Kopfe des Rührschafes mit 17 Zähnen eingriff. Am unteren Teile des Schaftes wurde eine Schiffsschraube befestigt, welche sich innerhalb eines Cylindermantels bewegte. Dieser Agitator — Gibbin's „Perfect Stirrer“ — hob die Flüssigkeit in der Mitte pilzförmig empor und ließ sie nach der Peripherie abfließen.

Gibbin's  
Perfect-  
Stirrer.



Auf der horizontalen Welle wurde ein vertikales Rad mit 50 Zähnen befestigt, welches in ein kleines horizontales Rad am Kopfe des Rührschafes mit 17 Zähnen eingriff. Am unteren Teile des Schaftes wurde eine Schiffsschraube befestigt, welche sich innerhalb eines Cylindermantels bewegte. Dieser Agitator — Gibbin's „Perfect Stirrer“ — hob die Flüssigkeit in der Mitte pilzförmig empor und ließ sie nach der Peripherie abfließen.

Schließlich wurde 1881 auch noch der Kühlmann'sche Absorptionsapparat aufgestellt, dessen Beschreibung später erfolgen soll.

Chlorleitung.

Bei der Zuleitung des Hurter-Deacon'schen Chlorgases zu diesen Oktagons, die auf Taf. II, Fig. 16 und 17 schematisch dargestellt ist, wurde durchaus das Princip der Gegenströmung befolgt: das stärkste Gas trat in das älteste Oktagon ein, von hier in das nächste und so fort, bis zuletzt das schwächste Gas mit frischer Kalkmilch in Berührung kam. Das Gas cirkulierte also der Reihe nach durch alle Oktagons und gelangte dann in einen Kalkmilchturm, um die letzten Reste von Chlor zu absorbieren. War z. B. das Gefäß No. 2 abgelassen und neu beschickt worden, so wurde das vom Hurter-Deacon-Prozess herkommende Chlorgas in No. 3 geleitet, trat von hier durch die vordere Verbindung nach No. 4 über, gelangte von hier durch die hinterste Öffnung in die Cirkulationsröhre und nach No. 1, von hier durch

die vordere Verbindung nach No. 2 und entwich durch die Ausgangsröhre nach dem Kalkmilchturm. Die vordere Verbindung zwischen 2 und 3 war dabei abgeschnitten. Die Cirkulationsröhre konnte mit jedem einzelnen Oktagon verbunden werden, um für den Fall der Ausschaltung irgend eines derselben die drei übrigen ungestört arbeiten zu lassen. Dasselbe konnte auch mit nur je zweien, ja für kurze Zeit auch nur mit je einem Oktagon geschehen. Um das Umschalten der Verbindungen leicht und schnell von Einem Mann besorgen zu lassen, waren für die in Betracht kommenden Stellen 15 hydraulische Verschlussvorrichtungen aus Bleiblech konstruiert worden, deren Einrichtung aus den Figuren 18 und 19 auf Tafel II ersichtlich ist. Wollte man eine solche Verbindung unterbrechen, so liefs man Wasser einlaufen, dessen Höhe man an dem Wasserstandsglase beobachten konnte. Wollte man die Verbindung wiederherstellen, so liefs man einfach das Wasser auslaufen, nötigenfalls nach Stillstellung des Exhaustors.

Die Ausflufsöffnungen dieser Oktagons waren zuerst ähnlich konstruiert wie bei den älteren (Fig. 6, S. 15), siehe Fig. 20. Man steckte in diese Öffnungen Hähne aus Steingut und liefs die Flüssigkeit durch einen Gummischlauch von ca. 7 cm Durchmesser abfliessen. Später gofs man die Ausflufsstutzen voneinander getrennt und etwas gegeneinander versetzt an, um die Ablaufrinne

Fig. 20.

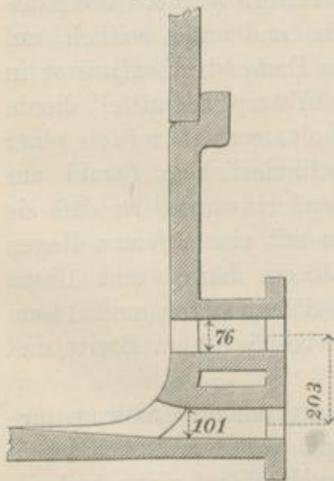
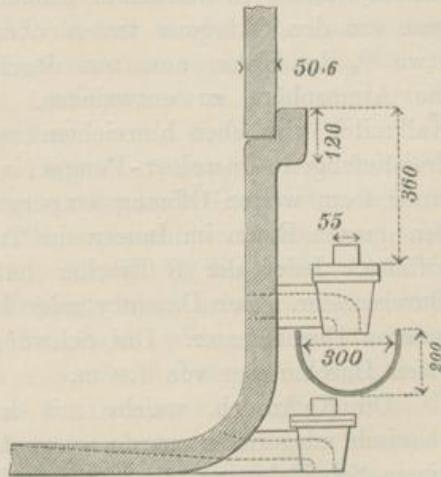


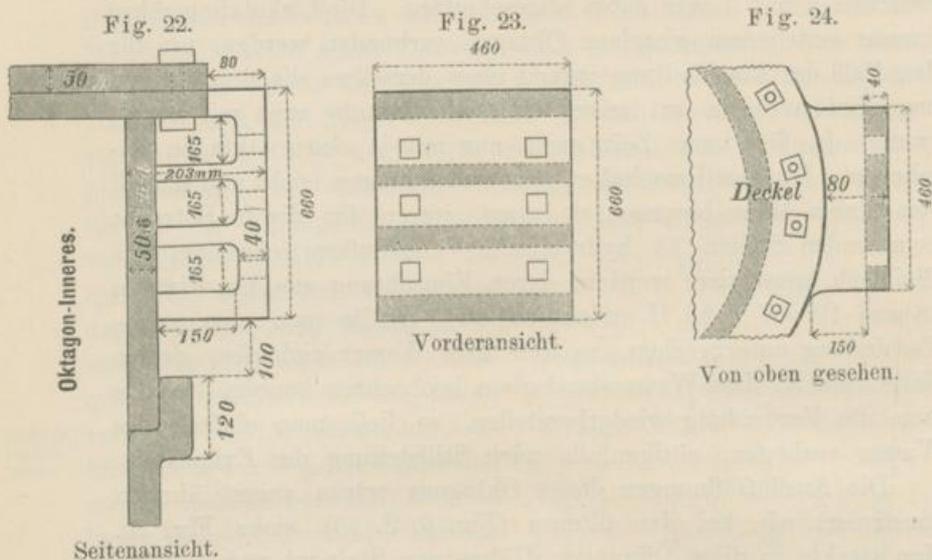
Fig. 21.



unter dem oberen Abflufshahn anbringen zu können, siehe Fig. 21.

Diese Oktagons haben sich ausgezeichnet bewährt und zwar nicht zum mindesten infolge ihrer unverrückbaren Aufstellung zu

einander. Die Figuren 22 bis 24 geben die Einzelheiten der angegossenen Stirnplatten.



Kalkmilch-  
turm.

Der Kalkmilchturm, in welchem die Absorption des Chlors vollendet wurde, soweit sie überhaupt praktisch erreichbar ist, ist in einer Skizze auf Tafel II, Fig. 25 dargestellt. Den Körper des Turmes bildete ein früherer Dampfkessel, der durch angeordnete Stützen in aufrechter Stellung befestigt wurde. Die Endgase von den Oktagons traten oben ein, und unten seitlich, auf etwa  $\frac{1}{3}$  der Höhe, aus, um durch den Dampfstrahlexhaustor in die Atmosphäre zu entweichen. Als Absorptionsmittel diente Kalkmilch von eben hinreichendem Gehalt, welche mittels einer dreistiefigen Taucher-Pumpe in kontinuierlichem Strahl aus einer 1 cm weiten Öffnung emporgeschleudert wurde, so daß sie den ganzen Raum im Innern des Turmes mit einem feinen Regen erfüllte. Jeder der 3 Taucher hatte 30 cm Länge und 10 cm Durchmesser. Der Dampfcylinder hatte 35 cm Länge und 14 cm inneren Durchmesser. Das Schwungrad besaß 12 cm Breite und einen Durchmesser von 1,25 m.

Die Kalkmilch, welche mit dem austretenden Gasstrom mechanisch mitgerissen wurde, gelangte kurz vor dem Exhaustor in einem Scheidekasten mit kontinuierlichem Rücklauf unter hydraulischem Verschluss nach dem Kalkmilchbehälter der Pumpe, so daß bloß möglichst trockene Gase den Exhaustor passierten.

Die im unteren Teile des Turmes sich ansammelnde Kalk-

milch floß ebenfalls kontinuierlich unter hydraulischem Verschluss in einen Behälter ab, von dem aus sie mittels der Pumpe so lange durch den Turm cirkulieren konnte, bis sie genügend Chlor absorbiert hatte.

Dieser Kalkmilchturm hat sich ausgezeichnet bewährt. Alle früheren Einrichtungen zu demselben Zwecke, wie z. B. ein mit Flintsteinen gefüllter Turm, in welchem verdünnte Kalkmilch herabrieselte, während das Chlorgas darin aufstieg, gaben zu fortwährenden Verstopfungen und damit zu Betriebsstörungen Veranlassung.

Hiermit ist die Beschreibung der Absorptionsapparate beendet, wie sie in der Fabrik der Herren James Muspratt & Sons in Widnes bis zum April 1881 in Gebrauch waren, um eine Produktion von 3 bis 4 Tons Kaliumchlorat pro Woche zu erzielen. Andere Fabriken besaßen Absorptionsgefäße von wesentlich derselben Konstruktion, nur in den Gröfsenverhältnissen wechselnd.

Die Beschreibung des Ganges der Arbeit wird einheitlicher, wenn auf den Kühlmann'schen Absorptionsapparat, der seit April 1881 in Betrieb kam, vorläufig keine Rücksicht genommen wird.

Die Angaben über Dichtigkeiten von Flüssigkeiten, welche in dieser Fabrikation durchgängig schwerer als Wasser sind, sollen in Graden Twaddel erfolgen, die in inniger Beziehung zu den entsprechenden spezifischen Gewichten stehen. Aus der spezifischen Gewichtszahl erhält man die Anzahl der Grade Tw., indem man „1,“ fortläßt und die zweistellige Mantissee verdoppelt, z. B.:

5 <sup>o</sup> Tw.	=	1,025	spez. Gew.
64 <sup>o</sup> -	=	1,320	- -
122 <sup>o</sup> -	=	1,610	- -

Beim Beginn der Operation wurde das zu beschickende Okta-Beschickung.  
gon bis zu  $\frac{3}{4}$  mit Wasser gefüllt, und dann schüttete man, während das Rührwerk arbeitete, 700 bis 800 kg Kalkmehl durch die Beschickungsöffnung hinein. Früher nahm man dazu das sorgfältig gelöschte und gesiebte Kalkmehl, wie es zur Fabrikation von Chlorkalk diente. Dasselbe wurde in Tonnen herangefahren, mittels kleiner Henkelfässer auf die Oktagons gezogen und in die Mannlöcher gestürzt. Später benutzte man ein weniger sorgfältig bereitetes Kalkmehl, indem man in der Nähe der Oktagons gebrannten Kalk mit einer eben| hinreichenden Menge Wasser bespritzte, um ihn zu Staub zerfallen zu lassen. Der letztere wurde einmal umgeschaufelt, nötigenfalls nochmals mit etwas Wasser be-

spritzt und dann durch ein schräg aufgestelltes, grobes Drahtgeflecht geworfen, um die Steine zurückzuhalten. Nur für den Absorptionsturm mußte man feingesiebtetes Kalkmehl zur Bereitung der Kalkmilch anwenden, um die Pumpe nicht zu stark abzunutzen, und die Ausspritzöffnung keiner Verstopfung auszusetzen.

Die Quantität Kalkpulver, welche man zur Beschickung neuer Oktagons verbrauchte, richtete sich nach der Stärke der damit erzeugten Kalkmilch, welche 15 bis 16° Tw. nicht übersteigen sollte. Man ließ dann noch so viel Wasser einlaufen, daß die Mannlochaucher einen Flüssigkeitsverschluß herstellten, und das Oktagon mit Kalkmilch von der angegebenen Stärke gefüllt war. Hierbei genügte es bei den Weldon-Oktagons, daß der untere Rand des Tauchers 1 bis 3 cm in die Kalkmilch hinabreichte, da das Chlorgas von den Entwicklern mit einem kleinen Überdruck bis zu höchstens 10 cm Wassersäule ankam, und also die Flüssigkeit im Mannlochaucher noch etwas hob, so daß selbst bei heftiger Agitation kein Chlor entweichen konnte. Bei den Hurter-Deacon-Oktagons waren die Druckverhältnisse jedoch umgekehrt. Seit man auch hier das Chlorgas nur auf die Oberfläche der Kalkmilch leitete, also seit Juli 1880, so daß man mit offenen Mannlöchern arbeiten konnte, stand das Gas im Innern der Oktagons unter einem negativen Druck von 15 bis 20 mm Wassersäule. Man mußte also diese Oktagons so weit anfüllen, daß der Mannlochaucher 4 bis 6 cm tief in der Flüssigkeit hing. Sowie man dann die Gasverbindungen herstellte, senkte sich der Flüssigkeitsstand im Mannloche, und man war mitunter genötigt, noch mehr Wasser einfließen zu lassen, um den Verschluß zu bewirken.

Zum Beschicken eines Oktagons waren 2 Mann erforderlich, die Herstellung der Gasverbindungen konnte von Einem Mann, meistens dem Aufseher, besorgt werden; die ganze Arbeit dauerte etwa  $\frac{3}{4}$  Stunden.

Das eben beschickte Oktagon wurde stets zum letzten der Reihe gemacht, und erhielt also das schwächste Gas, während das stärkste Gas in das am meisten vorgeschrittene Oktagon geleitet wurde. War dies mit Chlor gesättigt, so wurde es abgelassen und neu beschickt. In dieser Weise fortschreitend erforderte die Sättigung eines Oktagons je nach der Stärke des Chlorstromes von Weldon 1 bis 3 Tage, von Hurter-Deacon 2 bis 4 Tage. Während der Absorption des Chlors durch die Kalkmilch findet eine stetige Zunahme der Dichtigkeit der Flüssigkeit statt, verbunden mit einer Temperaturerhöhung. Bei einer anfänglichen

Stärke der Kalkmilch von 15 bis 17° Tw. trat die Sättigung ein bei 27 bis 33° Tw. Die Temperatur nahm während der Zeit von der äußeren Lufttemperatur zu bis etwa 40° C., diesen Grad selten übersteigend. Die Beurteilung der Sättigung geschah am einfachsten durch Beobachtung der Färbung der Lauge. Gegen Ende der Absorption wurde nämlich die Flüssigkeit stets rosa bis hell purpurrot, so daß man durch einen Blick auf die im Mannlochtaucher wirbelnde Flüssigkeit die Nähe des Sättigungszustandes beurteilen konnte. Um aber allen angewendeten Ätzkalk zu verbrauchen und das vorhandene Hypochlorit möglichst vollständig in Chlorat überzuführen, liefs man die Einwirkung des Chlors noch einige Zeit länger andauern, bis starke Schaumbildung im Mannloche sichtbar wurde, und Wasserdämpfe mit etwas Chlor gemischt daraus entwichen. Ein jetzt gezogenes Muster der Flüssigkeit mußte sich schnell absetzen und klare hellpurpurrote Chloratlauge ergeben, welche Lakmuspapier sofort bleichte.

Früher hatte man geglaubt, die Ursache der roten Färbung wäre in einer eigentümlichen Chlorverbindung zu suchen<sup>1)</sup>, die man jedoch niemals isolieren konnte. Viel einfacher erklärt sich dieselbe jedoch als hervorgebracht durch übermangansauren Kalk<sup>2)</sup>, weil jeder in England, Deutschland, Frankreich und Österreich darauf untersuchte Kalkstein vom Verfasser als manganhaltig gefunden wurde, das Mangan also der stete Begleiter des kohlen-sauren Kalkes zu sein scheint. Eine andere Vermutung, daß die rote Farbe von dem Manganchlorid herrühre, welches vom Weldon-Prozefs mechanisch mit dem Chlorstrom mitgerissen und in den Oktagons in übermangansaurem Kalk übergeführt würde, wurde sofort widerlegt, als die Hurter-Deacon-Oktagons ebenfalls rotgefärbte Chloratlauge lieferten.

Das Fortschreiten der Absorption ist am genauesten bei den letzteren Oktagons untersucht worden. Wenn alle 4 Oktagons mit frischer Kalkmilch von 16° Tw. beschickt wären und man Chlorgas einleitete, so würden nach Versuchen, die während einer bestimmten Zeitdauer angestellt wurden, im ersten Oktagon 80 bis 95 % der Gesamtmenge Chlor absorbiert werden, im zweiten 16 bis 4 %, im dritten 3 bis 1/2 % und im vierten der Rest. Wenn aber die Sättigung des ersten Oktagons vollendet war, so war diejenige des zweiten auch schon weit vorgeschritten und es

<sup>1)</sup> Opl, Dingl. Journ. CCXV, 237 u. Blunt, Chem. News XXXIV, 171.

<sup>2)</sup> Vergl. auch Davis, Chem. News, XXXIV, 183.

konnten dann 3 bis 5 % Chlor unabsorbiert aus dem letzten Oktagon entweichen. Folgende Tabelle zeigt so den ungefähren Verlauf der Stärkezunahme der Chloratlauge nebst der jeweiligen Chlorabsorption in Prozentzahlen der Gesamtmenge Chlor:

Zeitdauer der Absorption.	Oktagon No. 1		Oktagon No. 2		Oktagon No. 3		Oktagon No. 4		Nicht absorbiert:
	<sup>o</sup> Twaddel	% absor- biert							
Erster Tag	16	90	16	8	16	1½	16	½	0
zweiter Tag	25	50	18	40	17	8	16	1½	½
dritter Tag	30	10	25	50	20	36	17	3	1
vierter Tag	32	0	28	45	25	40	18	10	5

Erst in der letzten Reihe ist das Bild erreicht, welches der regelmäßige Betrieb darstellte, jedoch nur für die Dauer von 1½ bis höchstens 2 Stunden, nämlich bis Oktagon No. 1 entleert, neu beschickt und hinter No. 4 angeschlossen war. Dann würde No. 1 von den entweichenden 5 % Chlor etwa 4½ absorbieren, so daß nur ½ % zur Absorption im Kalkturm gelängen.

Kalkturm.

Der Kalkturm wurde mit Kalkmilch von 6° Tw. aus fein gesiebtem Kalkmehl betrieben. Man ließ diese Kalkmilch cirkulieren, bis sie höchstens 16° Tw. erreicht hatte und pumpte sie dann in das nächste zu beschickende Oktagon, während man in den Turm neu bereitete Kalkmilch eintreten ließ. Versuche, stärkere Kalkmilch anzuwenden, oder diese Kalkmilch weiter mit Chlor zu sättigen, als bis zu 16° Tw., gaben zu Betriebsstörungen und Chlorverlusten Veranlassung.

Entleerung.

Sobald ein Oktagon gesättigt war, ließ man die rosafarbige bis hellviolette Chloratmilch, ohne die Agitation zu unterbrechen, durch die obere der beiden Ausflußöffnungen am Boden der Oktagons in Klärgefäße ablaufen, um die Unreinigkeiten wie Sand,

Klärgefäße.

Thon, kohleisuren Kalk etc. sich absetzen zu lassen. Diese Klärgefäße hatten folgende Dimensionen: 2 halbe Dampfkessel von 5,5 m Länge und 1,66 m oberer Breite resp. Durchmesser und ein hölzernes, mit Blei ausgefülltes Reservoir von 2,54 m Breite, 4,07 m Länge und 84 cm Tiefe. Später kam noch ein ähnliches größeres Reservoir dazu.

Die Oktagonlauge setzte sich je nach ihrer Beschaffenheit in 3 bis 8 Stunden klar ab, und zwar um so schneller, je heißer sie gesättigt worden war. Während sich die Weldon-Oktagons auf 35 bis 40° C. erwärmten, liefs man die Hurter-Deacon-Oktagons schon bei 25 bis 30° C. ablaufen; und daher erforderte die Lauge aus diesen letzteren Oktagons regelmäfsig eine längere Zeit zum Klären.

Die klare Lauge wurde dann durch einen Heber — mög-  
lichst ohne den Bodensatz aufzurühren — in ein in den Boden Behandlung  
der Chlorat-  
rohlauge, eingesenktes Gefäfs laufen gelassen, von dem aus sie durch eine Taucher-Pumpe nach einem Mefscylinder gepumpt wurde. Der Dampfeylinder der Taucher-Pumpe hatte 19 cm äußeren Durchmesser und 29 cm Länge. Den Schlamm, welcher in den Klärgefäfsen zurückblieb, liefs man von mehreren Oktagons sich ansammeln, rührte ihn dann mit Wasser auf, liefs absetzen, fügte dies erste Waschwasser von etwa 16° Tw. der klaren Oktagonlauge zu, rührte wieder mit Wasser auf, so dafs eine Lauge von 10 bis 12° Tw. entstand und pumpte diese in einen Behälter für schwache Lauge über den Oktagons. Dann behandelte man den Bodensatz zum drittenmale mit Wasser: erhielt man eine abgesetzte Lösung von mehr als 2 bis 3° Tw., so wurde dieselbe in den Behälter für schwache Lauge gepumpt, um von dortaus zum Beschicken der nächsten Oktagons zu dienen, — war sie schwächer, so wurde der ganze Schlamm aufgerührt und in den Abzugskanal gepumpt. Die Oktagons selbst wurden alle 3 Monate ausgereinigt.

Man hat jahrelang den Gebrauch beobachtet, immer die Chloratlauge von zwei Oktagons zusammen dem weiteren Prozeß der Eindampfung unter Zusatz von Chlorkalium zu unterziehen, weil die Gröfse der Eindampfpfannen dieser Flüssigkeitsmenge entsprach und weil man für den Verbrauch von Chlorkalium einen gewissen gewohnheitsmäfsigen Anhalt zu haben wünschte. Die alten Weldon-Oktagons lieferten etwa 6000 bis 6200 Liter klare Lauge, die neueren eisernen, bei etwa 7000 Liter Kapazität, ca. 6800 Liter. Die neuesten Hurter-Deacon-Oktagons ergaben auch nur etwa 6800 Liter abgesetzte Lauge. Daher kam es, dafs man fast zu jeder Einkochung eine andere Flüssigkeitsmenge, von 12 000 bis 14 000 Liter variierend, zu nehmen und deren Chlorkaliumbedarf zu bestimmen hatte. Um diese Arbeit zu vereinfachen, stellte man im Anfang der siebziger Jahre einen Mef-  
Erste Ein-  
kochung.  
Mefscylinder.  
cylinder für die Oktagonlauge auf von 4,7 m Höhe und 2 m Durchmesser, um zu jeder Einkochung dasselbe Volumen Lauge zu neh-

men. Mit Rücksicht auf die älteren Sandstein-Oktagons wählte man als Einheitsquantum 12 560 Liter, welches den Mefscylinder gerade 4 m hoch anfüllte. Der Fehlbetrag zweier Sandstein-Oktagons wurde durch Waschwasser oder durch Lauge aus einem eisernen Oktagon bis zu dieser Höhe ergänzt. Der Mefscylinder war so hoch aufgestellt, daß die Lauge durch den Abflusshahn am Boden frei nach den Eindampfpfannen abfließen konnte. Da aber eine Pfanne nur etwa 7000 Liter fassen konnte, so hatte der Mefscylinder noch einen kleineren Gefährten („companion“), der etwa die Hälfte der Lauge aufnehmen konnte. Die Manipulation war dann folgende; War der Mefscylinder bis 4 m hoch mit Lauge angefüllt, so wurde zunächst der Gefährte durch eine seitliche Rohrverbindung gefüllt und dann der ganze Rest von Lauge aus dem Mefscylinder in die Eindampfpfanne laufen gelassen. Dadurch wurde der Mefscylinder frei, um die nächste Quantität Oktagonlauge aufzunehmen. War die Verdampfung in der Pfanne genügend vorgeschritten, so liefs man den Rest der Lauge aus dem Gefährten zufließen, um auch diesen für die nächste Manipulation frei zu bekommen.

Da das Abhebern und Pumpen der Oktagonlauge doch nicht ganz ohne Trübung von statten ging, so mußte dieselbe im Mefscylinder nochmals sich absetzen. Der Bodensatz wurde von Zeit zu Zeit, etwa einmal jeden Monat, durch eine Öffnung in der Mitte des Bodens nach den Klärgefäfsen abgelassen und mit deren Schlamm gewaschen.

Bald machte sich das Bedürfnis geltend, mehr Mefsgefäfsen zu haben. Seit die Hurter-Deacon-Oktagons 1873 aufgestellt wurden und die alten Weldon-Oktagons nach und nach außer Gebrauch kamen, indem sie teils durch eiserne und teils schließlich 1881 durch den Kuhlmann'schen Absorptionsapparat ersetzt wurden, errichtete man successive 4 Mefscylinder von je mehr als 14 000 Liter Kapazität mit je einem Gefährten, welcher  $\frac{1}{3}$  bis  $\frac{1}{2}$  dieser Flüssigkeitsmenge aufnehmen konnte. Gleichzeitig verwendete man mehr Sorgfalt auf das Waschen des Schlammes.

Um das durchschnittliche Laugenquantum zu ermitteln, welches man zu einer Einkochung zu nehmen hätte, wurden 1878 ohne Unterbrechung 60 Oktagons mit den Waschwässern zusammen gemessen und ergaben pro 2 Oktagons 14 300 Liter. Seitdem verlies man den Gebrauch, die Laugen von 2 Oktagons gesondert von den übrigen zu Einer Einkochung zu bringen und sah nur darauf, daß die Menge von 14 300 Litern, die zu Einer Ein-

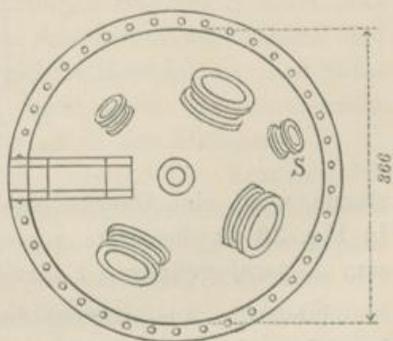
kochung kamen, richtig gemessen war, unbekümmert darum, von wie vielen verschiedenen Oktagons die Lauge herstammte. Man verzichtete damit zugleich auf die Bequemlichkeit, durch einen Blick in das Laboratoriums- oder das Betriebsbuch von der mehr oder weniger regelmässigen cyklischen Wiederkehr der Nummern der Oktagons den Grad der Regelmässigkeit des Betriebes beurteilen zu können, tauschte dafür aber eine grössere Regelmässigkeit in der Grösse der einzelnen Einkochungen und Sicherheit in der Zuteilung der nötigen Menge Chlorkalium ein. Man war zu dieser Vermischung der Chloratrolaugen auch seit 1881 gezwungen durch die Leistungen des Kühlmann'schen Absorptionsapparates, welcher in Einer Operation ca. 15 000 Liter Lauge lieferte, die man in alle verfügbaren Klärgefässe ablaufen lassen mußte.

Der Kühlmann'sche Absorptionsapparat wurde in Lille zur Fabrikation von Bleichflüssigkeit (Lösung von unterchlorigsaurem Kalk) verwendet, wurde aber in der Fabrik der Herren James Muspratt & Sons in Widnes an Stelle der letzten Sandstein-Oktagons zur Chloratfabrikation aufgestellt und im April 1881 dem Betriebe übergeben. Er ist auf Tafel III, Fig. 26 dargestellt. Der Körper des Apparates und der Deckel waren aus starkem Schmiedeisen konstruiert. Der Boden war durch parallele Winkel-eisen verstärkt. Der Apparat war bis zum Deckel mit Bleiblech ausgefüttert und enthielt eine besondere aus Bleiblech konstruierte Vorrichtung, um das Chlorgas, welches bei *E* eintrat, am geraden Aufsteigen zu hindern und es zu zwingen, den ganzen Weg längs der Peripherie aber spiralförmig aufsteigend zurückzulegen. Diese Vorrichtung bestand in einer Rinne, die mit der offenen Seite nach unten durch angelötete Bleilappen an der Innenwand des Apparates befestigt, über der Chloreintrittsöffnung beginnend, in langsamer Steigung bis in die Nähe des Deckels Eine Windung durchlief. In der Zeichnung ist blofs der Anfang und das Ende der Schnecke zu sehen. Ausserdem war der Apparat noch mit einem Rührwerk versehen, welches 9 bis 12 Umdrehungen per Minute machte, und zwar im Sinne der Schnecke.

Der schmiedeiserne Deckel, Fig. 27, trug gufseiserne Ar-

Kühlmann's  
Apparat.

Fig. 27.



maturen für das Rührwerk, Fig. 28, und 3 Mannlöcher, von denen aber nur Eines gebraucht wurde, welches gerade nach der Art der Aufstellung das bequemste war, und für 2 Gasaustrittsöffnungen, von denen ebenfalls nur eine benutzt wurde.

Der Dampfeylinder der Maschine, welche das Rührwerk trieb, Fig. 29, hatte 39 cm Länge und 16 cm inneren Durchmesser.

Das nicht absorbierte Chlorgas trat bei S aus und in einen Kalkturm von kleineren Dimensionen als desjenigen, der hinter den Hurter-Deacon-Oktagon aufgestellt war, ein, um die letzten Reste von Chlor zu absorbieren. Aus dem Kalkturm wurde das Gas durch einen kleinen Dampfstrahlexhauster angesogen, welcher bei einer Dampfspannung von  $3\frac{1}{2}$  Atm. Überdruck im

Fig. 28.

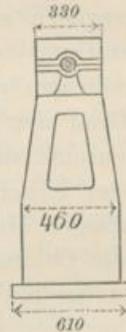


Fig. 29.

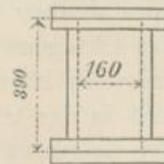
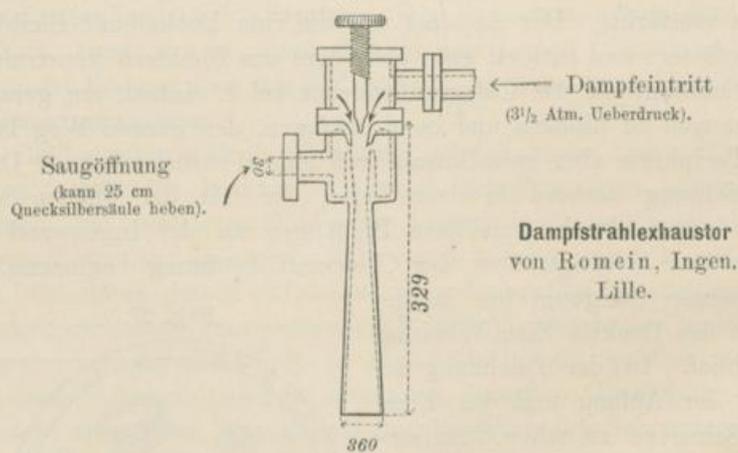


Fig. 30.



stande war, eine Quecksilbersäule von 25,4 cm Höhe zu heben. In Fig. 30 ist der erste vom Ingenieur Romein in Lille zu diesem Apparat gelieferte Exhauster abgebildet.

Über die Ausfütterung des Apparates mit Blei ist noch zu bemerken, dafs es sich als unzuweckmäfsig herausstellte, das Blei-

blech über die Flansche zu klappen, wie in Fig. 31 dargestellt ist, sondern, daß man den Deckel viel leichter luftdicht erhielt,

Fig. 31.

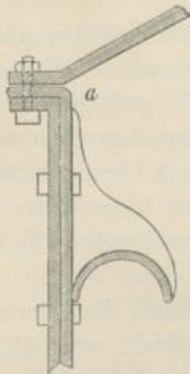
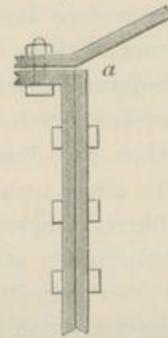


Fig. 32.



wenn man das Blei bei *a* gerade abschnitt, etwas in die Fuge einklopfte und die Flanschen äußerlich verstemmte, wie in Fig. 32 angedeutet. Nur mußte man dann das Bleifutter durch vertikale Bolzenreihen befestigen, welche mehr Bolzen enthielten und dichter aneinander standen, als bei übergeklapptem Blei nötig war.

Der Apparat wurde mit Weldon-Gas gespeist, dessen Zuführungsröhre von der Hauptleitung in der Nähe des Deckels, wo auch die Verbindung durch einen beweglichen Arm hergestellt oder unterbrochen werden konnte, hinabführte bis an den Boden, um bei *E* einzutreten.

Der Apparat hatte bis zum Deckel eine Kapazität von 20 cbm. Man beschickte ihn jedoch anfänglich nur mit 15 000 Litern Kalkmilch von 10 bis 12° Tw., und zwar in ähnlicher Weise, wie bei den Oktagons beschrieben; nur mußte man das Mannloch nachher luftdicht schließen. Diese Charge stand im Apparat 1,448 m hoch. Wegen der lange dauernden und innigen Berührung des Chlors mit stets reiner Kalkmilch ging die Absorption sehr schnell und vollständig von statten, so daß eine solche Beschickung in 9 Stunden gesättigt wurde. Nur stieg dabei auch die Temperatur schneller und bis zu höheren Graden als in den Oktagons.

Eine Beschickung mit Kalkmilch von 14° Tw. brauchte bis zu ihrer Sättigung infolge von Unregelmäßigkeiten im Betriebe der Weldon-Chlorentwickler 18 Stunden. Bis die Temperatur im Mittel auf 26° C. gestiegen war, arbeitete der Exhaustor mit einem Vakuum von 10 cm Quecksilbersäule. Die Absorption wurde beendet bei einer Temperatur von 37° C.; die fertige

Lauge hatte heiß 26° Tw. und nach dem Abkühlen 27° Tw. Im Dampfe des Exhaustors konnte man erst seit 15 Minuten vor Beendigung der Operation einen Geruch nach Chlor wahrnehmen, der dann allerdings sich schnell verstärkte.

Eine andere Beschickung, welche in ca. 9 Stunden gesättigt wurde und fertige Chloratlauge von 27° Tw. ergab, hatte kurz vor Beendigung nahe der Oberfläche 43,5° C. und in der Nähe des Chloreintritts am Boden 44,4° C. Um derartige Beobachtungen machen zu können, waren am Apparate 2 Probierhähne angebracht: einer unten und einer oben in etwa 1,4 m Höhe, deren Abflußröhren wegen des im Apparate herrschenden Vakuums weit hinabreichen mußten.

Als Durchschnitt konnte man annehmen, daß die Temperatur der Sättigung, wenn man Lauge von 28° Tw. erhielt, etwa 43½° C. betrug. Hatte man zur Beschickung jedoch so viel Kalk angewendet, daß die Sättigung erst dann eintrat, wenn die Lauge heiß 34° Tw., oder kalt 36° Tw. anzeigte, so stieg die Temperatur bis zum Ende auf 57° C.

Der Salzsäureverbrauch stellte sich als durchaus normal heraus. Man rechnet, daß man zur Fabrikation von 1 Ton Kaliumchlorat 30 Tons Salzsäure von 30° Tw. (19° Baumé) verbraucht. Nun entsprachen erfahrungsmäßig 15 000 Liter Chloratrolauge nach Abzug aller Fabrikationsverluste einer Produktion von etwa 9 Cwts. oder 457 kg fertigem Kaliumchlorat, welche also 13 710 Liter Salzsäure von 30° Tw. hätten verbrauchen sollen. Nach vorgenommener Messung wurde im Kühlmann'schen Apparat eine Beschickung von 15 000 Litern von 26° Tw. durch eine Salzsäuremenge gesättigt, die auf Säure von 30° Tw. umgerechnet, 13 800 Liter ergab und in 4 bis 4½ Weldon-Entwicklern abgetrieben wurde.

So weit arbeitete der Apparat vorzüglich, aber das Chlor griff namentlich infolge der zeitweise eintretenden hohen Temperatur die innere Bleiausstattung heftig an, und schon nach 14 Operationen war die Bleischnecke und die sie haltenden Bleilappen durchgefressen, so daß die Schnecke herunterfiel. Man hatte dann die Absicht, die Bleischnecke durch eine solche von Gusseisen zu ersetzen.

Kühlmann selbst gab im Oktober 1880 als Maximalleistung des Apparates an, daß derselbe in jeder Stunde die Chlormenge absorbieren könnte, welche durch Weldon-Entwickler aus 3000 kg Salzsäure von 30 bis 32° Tw. (19 bis 20° Baumé) erzeugt würde.

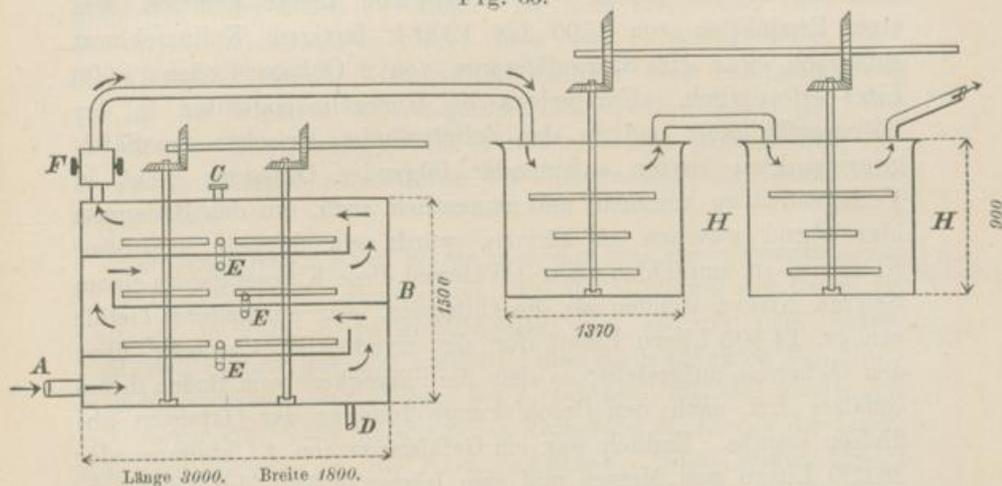
Dies bezog sich allerdings blofs auf die Fabrikation von Bleichflüssigkeit, wobei jede Temperaturerhöhung durch äußere Mittel verhindert wurde; aber diese Leistung würde einer Produktion von  $\frac{1}{10}$  Ton oder ca. 100 kg fertigem Kaliumchlorat entsprechen. In der Muspratt'schen Fabrik wurde der Apparat zur Fabrikation von Chlorat mit Temperaturerhöhung blofs bis zur Hälfte dieser Leistungsfähigkeit in Anspruch genommen, nämlich um 457 kg Kaliumchlorat in 9 Stunden zu produzieren, oder pro Stunde ca. 50 kg.

Andere, aber zum Teil aufgegebene Apparate hat Lunge in seiner Sodaindustrie beschrieben.

Zur größeren historischen Vollständigkeit soll hier noch ein Apparat beschrieben werden, welcher 1880 in der Fabrik des Herrn Kunheim in Berlin zur Absorption von Hurter-Deacon'schem Chlorgase benutzt wurde. Derselbe bestand aus einer Absorptionskammer *B* von etwa 3 m Länge, 1,8 m Breite und 1,5 m Höhe, Fig. 33, aus gußeisernen Platten zusammengesetzt und

Kunheim's  
Apparat.

Fig. 33.



3 Fächer enthaltend. Jedes Fach nahm eine dünne Lage Kalkmilch auf, welche durch 2 Rührwerke in Bewegung gehalten wurde. Die frische Kalkmilch von  $18^{\circ}$  Tw. ( $12^{\circ}$  Baumé) floß nach Bedarf bei *C* ein, und die fertige Chloratlauge von  $39,6^{\circ}$  bis  $43,6^{\circ}$  Tw. ( $24$  bis  $26^{\circ}$  Baumé) wurde bei *D* abgelassen. Bei *E* befanden sich außerhalb des Kastens Rohrverbindungen mit Ventilen, um die Flüssigkeit von einem oberen Fache nach dem unteren laufen zu lassen. Dies Abfließen geschah nicht kontinuierlich, sondern wurde durch den Aufseher von Zeit zu Zeit bewirkt.

Das Chlorgas von ca. 15 vol. % Chlor trat bei *A* ein und folgte der Richtung der Pfeile; passierte bei *F* einen Aspirator und Kompressor, ähnlich dem Root'schen Ventilator und wurde in die Gefäße *HH* gedrückt, von denen 4 vorhanden waren. Diese letzteren waren ganz wie die englischen Oktagons eingerichtet, nur kleiner: Bei einem Durchmesser von 1,37 m besaßen sie eine Höhe von 90 cm und enthielten jedes etwa 1000 Liter Flüssigkeit.

Dieser Apparat war genügend für eine Produktion von 5000 kg Kaliumchlorat im Monat, ist aber bei Verlegung der Fabrik nicht wieder in derselben Weise aufgestellt worden.

Capacitäten  
für Rohlauge.

Die Behandlung der Chloratrohlauge von dem Moment des Ablaufens aus den Oktagons oder anderen Absorptionsapparaten bis zum Einlaufen in die Verdampfungspfanne erforderte also folgende Gefäßräumlichkeiten und folgenden Zeitaufwand:

Für eine Gruppe von 4 Oktagons, die bei 8 bis 9maligem Ablaufen in der Woche 572 bis 644 cbm Lauge lieferten, was einer Produktion von 1700 bis 1900 k fertigem Kaliumchlorat entsprach, war ein Klärgefäßraum von 2 Oktagons oder 14 300 Liter erforderlich. Um jedoch bei Unregelmäßigkeiten in der Klärfähigkeit und in den Zeitabständen zwischen den Sättigungspunkten zweier aufeinander folgenden Oktagons nicht in Verlegenheit zu kommen, und namentlich auch, um den Bodensatz hinreichend waschen zu können, würde ein doppelt so großer Klärraum zu empfehlen sein. Während diese Klärgefäße in einem tieferen Niveau standen als die Oktagons, war ein anderes Gefäß von ev. 14 300 Litern Inhalt für die zweiten Waschwässer über den Oktagons aufgestellt, so daß die Flüssigkeit vom Boden dieses Gefäßes frei nach den Beschickungsöffnungen der Oktagons abfließen konnte. Endlich war ein Gefäßraum von 4 Oktagons oder 28 600 Litern zum Messen und zum letzten Klären der Lauge erforderlich. Hierzu dienten 2 aufrechtstehende Cylinder in einer Höhenlage über den Eindampfpfannen aufgestellt, mit Wasserstandsglas und Ablaufhahn versehen. In jedem Cylinder konnte dann die Flüssigkeitsmenge, nämlich 14 300 Liter, gemessen werden, welche zu einer Einkochung gelangen sollte.

Für eine Fabrikanlage mit 11 Oktagons, wie sie eine Zeitlang in Widnes bestand, brauchten diese intermediären Gefäßräumlichkeiten nicht proportional vergrößert zu werden. Es genügte dafür ein Klärraum von 4 bis 5 Oktagons, ein Raum für

die zweiten (und dritten) Waschwässer von 2 bis 3 Oktagons, und ein Mefßraum von 8 Oktagons, der allerdings durch die 4 Gefährten der 4 Mefßcylinder mit einem Gehalt von 3 Oktagons entlastet wurde.

Das Absetzen der violetten Lauge, namentlich von den Weldon-Oktagons, nahm gewöhnlich 3 bis 4 Stunden in Anspruch. <sup>Zeitbedarf für Rohlauge</sup> Das Abhebern und Pumpen in die Mefßcylinder dauerte ca. 1 Stunde. Den Schlamm in den Klärgefäßen ließ man von 3 oder 4 Oktagons sich ansammeln, um ihn dann zu waschen: Das Einlaufenlassen von Wasser und Aufrühren dauerte etwa  $\frac{1}{2}$  Stunde, das Absetzen 4 Stunden, das Abhebern des ersten Waschwassers und Pumpen in die Mefßcylinder  $\frac{1}{2}$  Stunde; das Einlaufenlassen von Wasser zur zweiten Waschung und Aufrühren des Schlammes  $\frac{1}{2}$  Stunde, das Absetzen 3 bis 4 Stunden, das Abhebern und Pumpen der zweiten Waschwässer in den Behälter über den Oktagons  $\frac{1}{2}$  Stunde, das Einfließenlassen von Wasser zum dritten Waschen resp. zum Pumpen in den Abzugskanal und vollständige Ausreinigung des Klärgefäßes 1 Stunde. Es kam selten vor, daß man das dritte Waschwasser klären ließ und in den Behälter über den Oktagons pumpte. Im ganzen nahmen diese Manipulationen 14 bis 16 Stunden in Anspruch, während welcher Zeit der betreffende Klärer 11 bis 12 Stunden seiner eigentlichen Bestimmung: nämlich zum Klären der Oktagonlauge zu dienen, entzogen blieb.

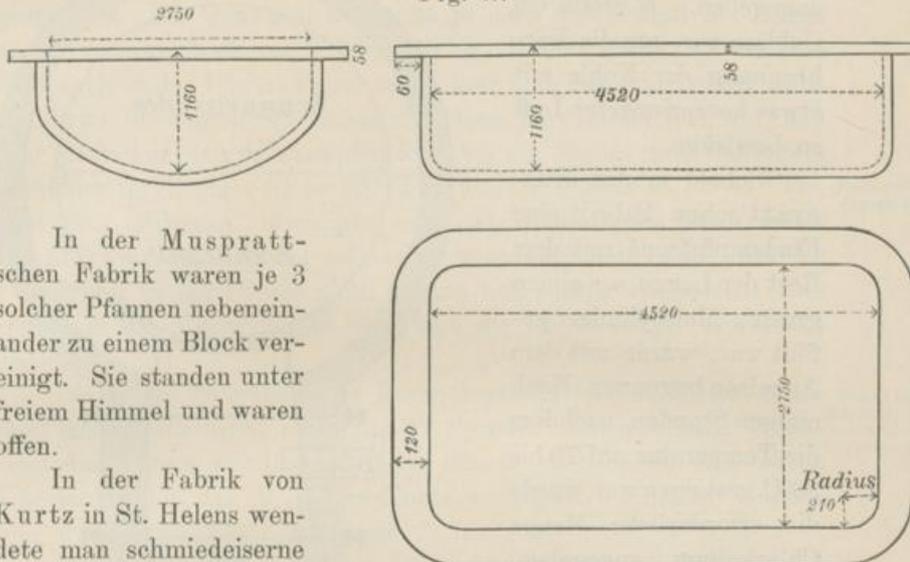
Zu jeder Einkochung wurde also das bestimmte Quantum von 14 300 Litern Lauge abgemessen. Da die Mischung der Lauge im Cylinder mitunter nicht gleichmäßig war, so zog man immer 2 Muster: eines aus den unteren Flüssigkeitsschichten des Mefßcylinders während des Füllens des Gefährten, und das zweite aus den oberen Schichten während des Ablaufens des Restes der Lauge aus dem Cylinder in die Eindampfpfanne. Diese beiden Muster wurden dann nach dem Laboratorium geschickt, um die für diese Einkochung erforderliche Menge von Chlorkalium zu bestimmen. Um in den Mefßcylindern eine möglichst vollständige Mischung der Oktagonlauge mit erstem Waschwasser zu erzielen, pumpte man in der Regel zuerst das disponible erste Waschwasser und dann Oktagonlauge hinein. <sup>Erste Einkochung.</sup>

Für eine Produktion von 3 bis  $3\frac{1}{2}$  Tons Kaliumchlorat pro Woche waren 6 Eindampfpfannen vorhanden, von denen 4 zum Einkochen der Oktagonlauge benutzt wurden. Die Art der Ein- <sup>Eindampfpfannen.</sup>



schützt. Die neueren Pfannen seit 1880 hatten eine etwas abweichende Form, siehe Fig. 37. Die Einmauerung blieb dieselbe.

Fig. 37.



In der Muspratt'schen Fabrik waren je 3 solcher Pfannen nebeneinander zu einem Block vereinigt. Sie standen unter freiem Himmel und waren offen.

In der Fabrik von Kurtz in St. Helens wendete man schmiedeiserne Pfannen an, welche mit Brettern zugedeckt waren. Ein weiteres Thonrohr führte den Dampf und das entweichende Chlor in den Schornstein. Auch Schaffner in Aussig benutzte schmiedeiserne Pfannen und setzte der Chloratrolauge etwas Sodarückstände zu, um das freie Chlor zu zerstören\*).

Ein anderes System der Verdampfung, um das Brennmaterial besser auszunützen, wurde seit 1881 von der Greenbank Chemical Co. in St. Helens angewendet: Tafel III, Fig. 38. Zwei Ätznatronschmelzkessel von größten Dimensionen und kleinster Gußstärke, wie sie die Gießerei von John Varley & Co. in St. Helens lieferte, wurden derartig hintereinander terrassenförmig aufgestellt, dafs der vordere und tieferstehende Kessel, welcher zum eigentlichen Eindampfen diente, von dem oberen Kessel, in welchem die Lauge vorgewärmt wurde, mittels eines Hebers mit Hahn nach Bedarf gespeist werden konnte. Die Kapazität des Kochkessels betrug etwas über 12 000 Liter bei einem Gewicht von ca. 8 Tons, diejenige des Vorwärmkessels nahezu 10 000 Liter bei einem Gewicht von nur ca. 5 Tons. Die Wandstärke des letzteren betrug nur 32 mm. Die Einzelheiten der Einmauerung

Eindampfkessel.

\*) Privatnachricht von 1878.

des Kochkessels und des Feuerungsverschlusses sind in Fig. 39 und 40 angegeben. *B* stellt ein Gebläse vor, um die Verbrennung der Kohle mit etwas komprimierter Luft zu bewirken.

Sobald in der Muspratt'schen Fabrik eine Eindampfpfanne mit dem Rest der Lauge aus einem großen Mefscylinder gefüllt war, wurde mit dem Anheizen begonnen. Nach einigen Stunden, nachdem die Temperatur auf 70 bis 90°C. gestiegen war, wurde die erforderliche Menge Chlorkalium zugegeben,

Fig. 39.  
Skala: ungefähr = 1/75 natürlicher Gröfse.

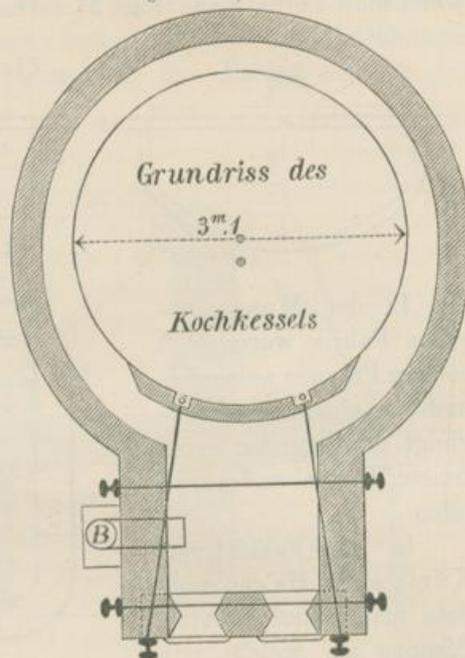
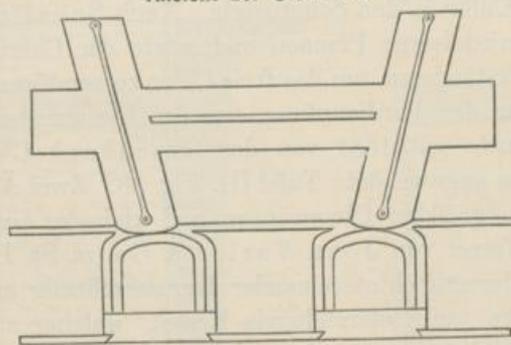
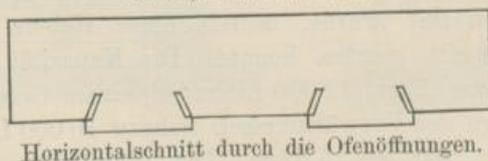


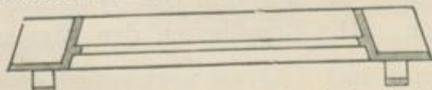
Fig. 40.  
Ansicht der Ofenfront.



Skala: 1/32 natürlicher Gröfse.

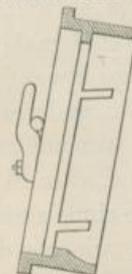


Horizontalschnitt durch die Ofenöffnungen.



Horizontalschnitt durch ein Aschenloch,  
1/16 natürlicher Gröfse.

Aschenlochverschluss



von der Seite gesehen,  
1/16 natürlicher Gröfse.



Beschickungsöffnung,  
1/16 natürlicher Gröfse.

und zwar die ganze, für die 14 300 Liter Oktagonlauge nötige Menge auf einmal. Das Chlorkalium wurde in Säcken herbeigefahren, in Eimern bis auf den Pfannenrand gehoben und in die Flüssigkeit geschüttet. Die Quantität wechselte je nach dem Gehalt der Lauge an chlorsaurem Kalk von 380 bis 550 kg. In dem Maße, als die Verdampfung in der Pfanne Raum schuf, liefs man aus dem betreffenden Gefährten die zugehörige Lauge zufliefsen, bis derselbe leer war, und fuhr dann mit dem Eindampfen fort, bis ein Muster nach mäfsigem Abkühlen im Sommer 62 bis 68° Tw. und im Winter 58 bis 64° Tw. anzeigte. Mitunter beendigte man das Eindampfen auch schon bei 56° Tw., nämlich bei schwacher ursprünglicher Lauge, um die Flüssigkeit in der Pfanne nicht gar zu tief sinken zu lassen. Man zog dann das Feuer heraus und liefs die Chloratlauge sich etwas absetzen.

Chlorkalium-  
zusatz.

Eindampf-  
ungsgrad.

Die ganze Operation des Einkochens dauerte 22 bis 33 Stunden, sollte aber nicht mehr als 22 Stunden beanspruchen. Während dieser Zeit wurden unter der Pfanne nach einem ungefähren Überschlag 1½ bis 2⅓ Tons Kohle verbrannt. Genaue Wägungen wurden nicht vorgenommen.

Dauer der  
Eindampfung  
und Kohlen-  
verbrauch.

Die violette Färbung der Chloratrolauge ging während des Eindampfens regelmäfsig in ein schmutziges Hellbraun über, verursacht hauptsächlich durch die unlöslichen Bestandteile des Chlorkaliums.

Nachdem die eingedampfte Chloratlauge sich etwas geklärt hatte, wurde sie noch heifs mittels eines 5 cm weiten eisernen Hebers und offener Rinnen nach den Krystallisiergefäfsen ablaufen gelassen. Die Rinnen waren aus Holz und mit Blei ausgefütert, etwa 20 cm breit und 15 cm hoch und verzweigten sich bis zu jedem einzelnen Krystallisiergefäfs. Der Weg, den die heifse Lauge fliefsen sollte, wurde dadurch vorgezeichnet, dafs alle übrigen Verzweigungen durch Lehmputzen abgesperrt wurden. Es waren 13 Krystallisiergefäfs vorhanden, von denen jedoch nur 11 zu diesem Zwecke benutzt wurden, mit den laufenden Nummern von 2 bis 12. Dieselben waren aus Holz konstruiert in Gestalt flacher Kasten: Ein Holzrahmen umschlofs eine Bretterverschalung, die mit Bleiblech ausgefütert war. Die Dimensionen waren nicht bei allen Kasten gleich, betrug aber im Durchschnitt 3,581 m Länge, 2,438 m Breite und 0,686 m Tiefe, so dafs die Kapazität eines Kastens ca. 6000 Liter betrug. Die Krystallisiergefäfs mußten daraufhin beobachtet werden, ob sie auch nicht leckten. War dies der Fall, so wurden sie sofort entleert und ausgebessert.

Krystallisier-  
gefäfs.

Eine Einkochung von 14 300 Litern Chloratrohlauge, bestehend aus ca. 13 000 Litern Oktagonlauge von 30° Tw. und 1300 Litern ersten Waschwässern von 16° Tw., ergab im Durchschnitt 5684 Liter eingedampfte rohe Chloratlauge von 63½° Tw. Man hatte also bei jeder Einkochung im Durchschnitt 8616 Liter Wasser zu verdampfen. Die Schwankungen ergaben sich aus den Messungen der Chloratlauge in den Krystallisiergefäßen im Oktober 1880 wie folgt:

Volumen der eingedampften Lauge.

5734	Liter	zu	67½°	Tw.
5350	-	-	63½°	-
5960	-	-	58°	-
5690	-	-	63°	-

5684 Liter zu 63½° Tw. im Mittel.

Man liefs die rohe Chloratlauge 7 bis 10 Tage in den Krystallisiergefäßen stehen. Eine Vorrichtung zu künstlicher Abkühlung war nicht vorhanden. Während dieser Zeit schieden sich die Rohkrystalle von Kaliumchlorat aus, die nur locker an den Wänden hafteten und sich am Boden ansammelten, während die Mutterlauge als ölige Flüssigkeit klar darüber stand.

Die Krystallisiergefäße wurden in regelmässiger Reihenfolge von 2 bis 12 gefüllt und ebenso regelmässig entleert. An den Gefäßen entlang und zwischen ihnen hindurch führte am Boden ein System von Rinnen, die mittels eines eisernen Hebers abgezogene Mutterlauge nach einem versenkten Behälter, von dem aus dieselbe zur weiteren Eindampfung in eine der beiden letzteren Pfannen gepumpt wurde. Die Pumpe hatte dieselben Dimensionen, wie die Rohlaugenpumpe.

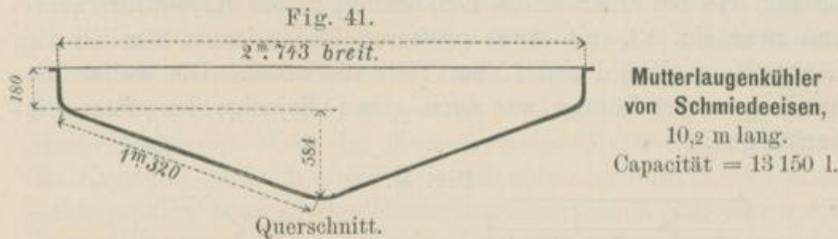
War die Mutterlauge aus einem Krystallisiergefäfs so weit abgezogen, als es mit dem Heber anging, so wurde der letzte Rest mit der Hand ausgeschöpft, und gleichzeitig wurden die Rohkrystalle in einer Ecke aufgehäuft, um etwas zu trocknen. Man begofs sie dann mit einigen Eimern Wasser und fügte das Waschwasser noch der Mutterlauge zu. Alsdann wurden die Rohkrystalle in Eimern nach einem Drainer getragen: einem Holzgefäfs mit schrägstehendem Boden, um abzutropfen. Statt dieses Drainers hat man auch mit Erfolg eine Centrifuge angewendet. Es waren 2 Drainer vorhanden von ungefähr 1,75 m Länge, 0,95 m Breite und 1 m äufserer Höhe. Der Boden bildete eine geneigte Rinne mit Abfluß nach aufsen zum versenkten Mutterlaugenbehälter. Hier wurden die Rohkrystalle noch ein wenig durch Übergiefsen mit Wasser gewaschen und dann mehrere Stunden abtropfen gelassen.

Rohkrystalle.

Drainer.

Die Mutterlauge aus einem Krystallisiergefäß füllte die Ein-<sup>Eindampfung</sup>dampfpfanne nicht genügend an, man nahm daher noch etwa die <sup>der Mutter-</sup>Hälfte der Mutterlauge aus einem anderen Gefäß dazu und dampfte <sup>lange.</sup>dann ein, bis ein Muster nach mäßigem Abkühlen im Sommer 78 bis 85° Tw. und im Winter 72 bis 78° Tw. anzeigte. Bei stärkerem Eindampfen, etwa bis 90° Tw. erhielt man eine geringere Ausbeute an Krystallen, weil dann die Lösung zu dicht wurde, um die Ausscheidung der Kaliumchloratkrystalle zu gestatten. Im Winter lief man außerdem schon bei 80° Tw. Gefahr, daß sich Chlorecalcium in dichten und fest ansitzenden, langen spielsigen Krystallen ausschied.

Die eingedampfte Mutterlauge wurde nach einigem Klären mittels Heber und Rinne nach den Mutterlaugenkühlern abfließen <sup>Mutter-</sup>gelassen. Die letzteren waren Gefäße von Guß- oder Schmiede-<sup>laugen-</sup>eisen der verschiedensten Form und Größe. Seit man jedoch die erschöpfte Mutterlauge zur Chlorentwicklung verwertete, wurden die kleineren Kühler beseitigt und bloß 8 große Gefäße benutzt, von denen eines, Fig. 41, näher beschrieben ist. In diesen Kühlern blieb die Mutterlauge 7 bis 12 Tage stehen, um so viel Kaliumchlorat als möglich abzuseiden.



Messungen der entstehenden Mutterlauge haben folgendes er-<sup>Quantität der</sup>geben: <sup>letzten</sup>  
Mutterlauge.

Bei 10 ersten Einkochungen pro Woche, entsprechend einer Produktion von 4½ Tons fertigem Kaliumchlorat, hatte man jeden Tag eine Mutterlaugeneinkochung zu machen. Auf jede der letzteren kam also die Mutterlauge von 1,43 Krystallisiergefäßen. Daher kamen im Durchschnitt 5684 mal 1,43 oder 8128 Liter erster Mutterlauge zu je einer Einkochung.

Zwei von den Mutterlaugenkühlern, welche gerade je eine Einkochung aufnahmen, enthielten:

5857 Liter zu 84° Tw.
6797 - - 85° - oder
6327 Liter zu 84½° Tw. im Mittel.

In jeder Mutterlaugeneinkochung mußten also im Mittel 8128 minus 6327 oder ca. 1800 Liter Wasser verdampft werden.

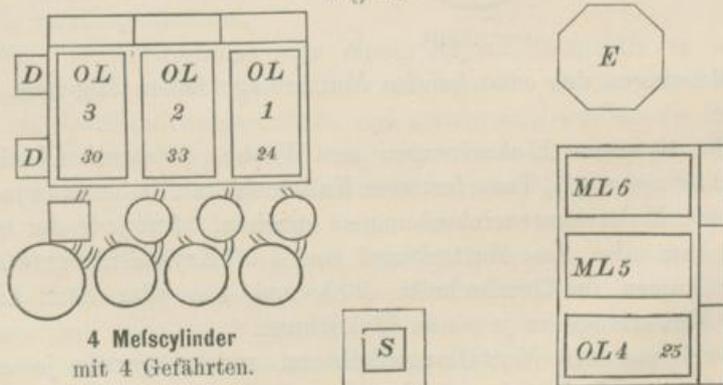
Man erhielt also von 10 ersten Einkochungen 7 mal 6327 oder 44 289 Liter eingedampfte Mutterlauge. Und dies entsprach pro 1 Ton fertigem Kaliumchlorat einer Produktion von rund 10 000 Litern letzter Mutterlauge.

Nachdem die eingedampfte Mutterlauge genügend lange gestanden hatte, um so viel Kaliumchlorat auskrystallisieren zu lassen, als die Konzentration und die Temperatur der Luft gestatteten, wurde sie abgehebert und durch eine besondere aber kleinere Mutterlaugenpumpe in das Mutterlaugenreservoir gehoben. Dasselbe befand sich in einer Höhenlage über dem Mutterlaugen-Chlorentwickler.

Mutter-  
laugen-  
krystalle.

Die zurückbleibenden, sehr schmutzigen Chloratkrystalle, welche meistens in kleinen, sich weich anführenden Blättchen bestanden, wurden zum Abtropfen auf eine Bühne gehoben. Hier sammelte man die Mutterlaugenkrystalle an, bis man etwa 600 bis 800 kg hatte. Man brachte dann etwa 7000 Liter Wasser in einer Eindampfpfanne zum Kochen und löste die schmutzigen Krystalle darin auf, dampfte bis etwa 40° Tw. ein und ließ die Lösung wie bei einer ersten Einkochung in ein Krystallisiergefäß und zwar No. 13, mit etwas größeren Dimensionen, nämlich 4 m Länge, 2,5 m Breite und 75 cm Tiefe abfließen. Die weitere Behandlung dieser Lösung war dann genau diejenige der ersten Einkochungen.

Fig. 42.



Situation.

In Fig. 42 ist die gegenseitige Stellung der Apparate in diesem Teile der Fabrik skizziert. Die mit *O. L.* bezeichneten Pfannen No. 1 bis 4 dienten zum Eindampfen der Oktagonlauge.

Die Zahlen 24 bis 33 bedeuten die Anzahl der Stunden, die jede Pfanne gewöhnlich zu einer Einkochung gebrauchte. Die Feuerkanäle nach dem Kamin S wurden nur selten gereinigt, und daher litten die Pfannen mitunter an schlechtem Zuge. Die mit *M. L.* bezeichneten Pfannen No. 5 und 6 dienten zum Eindampfen der ersten Mutterlange. *E* war die Stellung des Mutterlaugen-Chlorentwicklers, *DD* der Bühnen für Mutterlaugenkrystalle. Die Pfanne No. 3 wurde alle 10 Tage einmal zum Auflösen und Einkochen der Mutterlaugenkrystalle benutzt.

Nimmt man für jede erste Einkochung die längste Zeit, nämlich 33 Stunden, so erforderten 10 erste Einkochungen pro Woche 330 Stunden, es kamen also auf jede der 4 Pfannen 82 Arbeitsstunden. Da aber die Woche 168 Stunden enthält, so folgt, daß die Pfannen nur etwa die Hälfte der Zeit über Feuer waren. Die andere Hälfte wurde gebraucht zum Klärenlassen, Abhebern, Abkühlen und Ausreinigen. Nach jeder Einkochung wurde der braune Schlamm aus der Pfanne ausgeschöpft und die harten Krusten von den Seiten mit Spaten abgekratzt und in einen eisernen Behälter gethan. Hatte sich hier genug Schlamm angesammelt, so wurde derselbe durch eingeleiteten Wasserdampf erhitzt und aufgerührt, um das auskrystallisierte chlorsaure Kali wieder in Lösung zu bringen. Man ließ dann den Schlamm etwas sich absetzen und heberte die noch heiße Lösung in ein besonderes Krystallisiergefäß ab. Nach 8 bis 10 Tagen ging die Mutterlange den Weg der übrigen ersten Mutterlange, während die Krystalle je nach ihrer Reinheit entweder mit zu den ersten Rohkrystallen oder zu den Mutterlaugenkrystallen genommen wurden. Mitunter ließ man auch den Schlamm von 4 bis 6 Einkochungen in der Pfanne sich ansammeln, bevor man dieselbe ausreinigte. Auch behandelte man den Schlamm anders: Man rührte ihn durch direkten Dampf auf, wenn nötig noch unter Zusatz von Wasser, ließ etwas klären und heberte die Lange ab nach dem versenkten Mutterlaugenbehälter, von dem aus man sie nach den Mutterlaugeneindampfpfannen pumpte. Nach mehreren solchen Waschungen ließ man den erschöpften Schlamm in den Abzugskanal fließen.

Im Oktober 1880 stellte man noch einige Krystallisiergefäße auf, so daß im ganzen verfügbar wurden:

- |    |   |
|----|---|
| 14 | Krystallisiergefäße für erste Einkochungen, |
| 1  | - - Mutterlaugen-Krystalllösung,            |
| 1  | - - Waschungen des Pfannenschlammes,        |
| 8  | - - Mutterlaugen.                           |

Rohkrystalle. Die ersten Rohkrystalle hatten stets eine körnige derbe Beschaffenheit und sahen hellbraun bis gelblich aus von beigemengtem Pfannenschlamm. Durch Übergießen mit Wasser konnten sie fast weiß gewaschen werden. Je mehr die Ansprüche auf Reinheit des fertigen Produktes stiegen, mußte man auch auf gutes Waschen schon dieser Rohkrystalle sehen. Da es sich bei diesen Krystallen hauptsächlich um Entfernung des beigemengten braunen Schlammes handelte, der in den unteren Schichten des Drainers immer wieder zurückblieb, so stellte man im Februar 1881 eine Centrifuge mit Handbetrieb auf, um die ersten Rohkrystalle zu waschen. Der Durchmesser derselben betrug 67 cm. Man nahm zu jeder Füllung 2 Eimer voll Krystalle oder etwa 24 Liter und gebrauchte 3 bis 6 Eimer Wasser, um das Waschwasser bis auf 6° Tw. herabzubringen.

Die Rohkrystalle wurden dadurch sehr schön weiß.

Auch die schmutzigen Mutterlaugenkrystalle wurden auf diese Weise gewaschen und ergaben ein Produkt von dem Ansehen der früheren ersten Rohkrystalle, so daß man dieselben mitunter sofort den letzteren zufügen konnte. Nur die schmutzigeren Portionen verblieben zur Einkochung mit Wasser.

Mutterlaugen-Chlorentwickler. Der Mutterlaugen-Chlorentwickler, seit 1878 in Betrieb, hatte die Größe und Einrichtung eines Weldon'schen Chlorentwicklers. Der erste Versuchsentwickler war im Innern 2,08 m lang, 1,65 m breit und 1,70 m tief. Nachdem sich derselbe bewährt hatte, wurde 1879 ein neuer großer Entwickler mit achteckigem Grundriß aufgestellt. Der innere Abstand je zweier gegenüberliegender Wände betrug ca. 3 m, die innere Höhe ebenfalls ca. 3 m. Der Gang der Arbeit mit einem solchen Entwickler war folgender:

Man füllte denselben zunächst bis zu einer gewissen Höhe mit roher Salzsäure von 26 bis 28° Tw. an. Diese Höhe variierte von  $\frac{1}{10}$  bis  $\frac{1}{7}$  der Höhe des Entwicklerraumes je nach der Stärke der zur Verwendung kommenden Mutterlauge. Dann fing man an, die Mutterlauge langsam einfließen zu lassen, indem man gleichzeitig die entstehende Mischung durch direkten Dampf kräftig aufrührte. Unterließ man es, den Dampf sofort zuzulassen, so wurde der Deckel des Entwicklers durch das später plötzlich und in großer Menge erzeugte Chlorgas in die Luft geschleudert oder wenigstens der Mannlochdeckel gehoben, so daß Lebensgefahr für die in der Nähe befindlichen Menschen entstand. Das Einlaufen der Mutterlauge geschah durch ein U-förmiges

Trichterrohr, um bei geringem Überdruck im Innern kein Chlorgas entweichen zu lassen.

Man fuhr fort, Mutterlauge einlaufen zu lassen und zu dämpfen, bis der Entwickler zu  $\frac{5}{6}$  oder  $\frac{7}{8}$  voll war, sperrte dann die Mutterlauge ab und beendigte das Abtreiben des Chlors mit Dampf. Der richtige Zeitpunkt für das Einstellen des Zuflusses der Mutterlauge wurde gegen Ende durch häufige Proben ermittelt: Die Entwicklerlauge sollte immer noch schwach sauer bleiben; ein Muster der Flüssigkeit in eine kleine Grube von Kalksteinpulver gegossen, sollte noch Aufbrausen veranlassen. Denn jeder Überschufs an Mutterlauge, nach vollständiger Zerstörung der Säure, war einfach verloren.

Wenn alles Chlor ausgetrieben war, was man schon an dem Heißwerden der Chlorleitung bis in die Nähe der Oktagons beurteilen konnte, liefs man den Inhalt des Entwicklers in den Abzugskanal abfliefsen.

Während ein Weldon-Entwickler in  $4\frac{1}{2}$  Stunden abgetrieben wurde, dauerte die Operation eines Mutterlaugen-Chlorentwicklers 24 bis 30 Stunden. Das Chlorgas wurde zur Absorption nach zweien der älteren gusseisernen Oktagons, welche die Bezeichnung No. 6 und 7 führten (Fig. 6 S. 15) geleitet, derart, dafs diese beiden Mutterlaugen-Oktagons immer abwechselnd das erste Gas erhielten, während das nicht absorbierte Gas in die Weldon-Oktagons übertrat und sich dort an geeigneter Stelle mit dem Weldon-Gase vermischte, welches auch schon durch ein oder zwei Oktagons gegangen war.

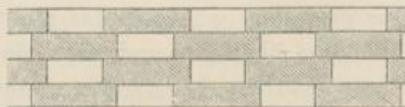
Bei dem neueren grofsen Entwickler wurde der innere Raum absichtlich nicht völlig ausgenutzt, um bei etwaigen Unregelmäßigkeiten in der Chlorentwicklung einen möglichst grofsen Gasraum zu haben, der die Ungleichheiten sowohl am Entwickler selbst, als auch an den Oktagons weniger fühlbar machte.

Zwei Mutterlaugen-Entwickler hätten genügend sein sollen, um Ein Oktagon zu sättigen. Gewöhnlich reichten sie aber nicht ganz aus. In jeder Woche sättigte man 2 Mutterlaugen-Oktagons (No. 6 und 7) und hatte dazu den Mutterlaugenentwickler 4 bis 5mal abzutreiben.

Hiermit ist die Beschreibung der Apparate und des Ganges der Arbeit in diesem Teile der Fabrik beendet, welchen man kurz als Oktagon-Haus bezeichnete. Die Reinigung der Roh-

krystalle durch Umkrystallisieren, das Trocknen, Mahlen und Verpacken des reinen Kaliumchlorats geschah in einem anderen Teile der Fabrik, den man das Chlorathaus oder Krystallhaus nannte. Hier kam nur wenig Kalk- oder Kohlenstaub hin, vor dem man das fertige, trockene Produkt besonders sorgfältig zu hüten hatte.

Krystallhaus. Das Chlorathaus war ganz aus Stein und Eisen erbaut. Das Dachgebände war aus Eisen und mit Schiefer gedeckt. Auch alle Thüren waren aus Eisen. Man war zu dieser Vorsicht genötigt durch die Feuersgefahr, die jeder mit feinem Chloratstaube bedeckte oder mit Chloratlösung getränkte und dann getrocknete Holzkörper darbot. Denn ganz konnte man das Holz doch nicht umgehen. Ferner konnten an der Mühle und dem Siebe, deren Maschinenteile Schmieröl gebrauchten, jeden Augenblick Detonationen entstehen, die dann alles in der Nähe befindliche Holz in Flammen setzten. Aber man konnte den Brand wenigstens auf den kleinsten Raum beschränken. Das Chlorathaus war durch eine Scheidewand bis zum Dache mit eiserner Thüre in 2 Räume abgeteilt: der Trockenraum war etwa 11 m lang und 7,5 m breit; der Krystallisiererraum war ziemlich ebenso groß und mußte so kühl als möglich gehalten werden. Zu dem Zwecke waren die gegenüberliegenden Längswände in ihren oberen Teilen durchbrochen gemauert:



Der Fußboden des ganzen Gebäudes war mit Steinfliesen von 61 cm im Quadrat belegt. Dies Hauptgebäude hatte noch verschiedene Anbauten für weniger feuergefährliche Verrichtungen und einen kleinen feuersicheren Ausbau für eine zweite Chloratmühle.

Quantität der Rohkrystalle. Man rechnete, daß man im Oktagonhause für je 3 Gew.-Tl. angewendeten Chlorkaliums 4 Gew.-Tl. abgetropfte Rohkrystalle erhielt. Da man nun gewöhnlich 450 kg Chlorkalium zu einer Einkochung nahm, so erhielt man etwa 600 kg Rohkrystalle; nur die Mutterlaugenkrystalleinkochungen ergaben meistens eine größere Ernte.

Die Rohkrystalle wurden in Quantitäten von 300 bis 700 kg in Handwagen nach dem Krystallhause zum Auflösen geschafft. Die Handwagen bestanden aus hölzernen Kasten von ca. 2 m Länge, 1 m Breite und 1 m Tiefe, die auf 2 Rädern standen.

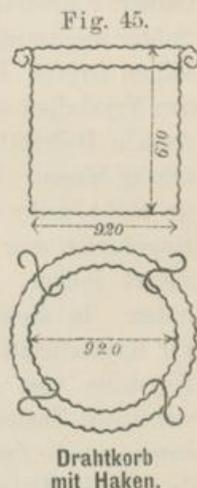
Zum Auflösen nahm man im gewöhnlichen Gange der Arbeit stets 610 kg Rohkrystalle. Enthielt der Handwagen mehr, so wurde der Überschufs aufbewahrt, um die in einem anderen Falle mangelnde Gewichtsmenge bis auf 610 kg zu ergänzen.

Das Auflösungsgefäß ist auf Tafel III dargestellt und zwar in Fig. 43 im Grundrifs und Vertikalschnitt nach *AB*, und in Fig. 44 in Stirn- und Seitenansicht. Es bestand aus einem hölzernen Rahmen mit Bretterwänden, war mit Bleiblech von 5 mm Stärke ausgekleidet und trug im Innern eine Dampfschlange aus 60 bis 64 mm starkem Bleirohr. Das Gefäß selbst hatte 2 Abflußöffnungen: eine seitliche für die fertige Lösung und eine am tiefsten Punkte zum gänzlichen Ausreinigen. Es waren 2 solcher Auflöser vorhanden.

Als Lösungsmittel für die 610kg Rohkrystalle nahm man die Mutterlauge einer früheren Auflösung, nachdem man dieselbe mit Wasser bis auf 10° Tw. verdünnt hatte. Diese Verdünnung wurde im Auflöser selbst vorgenommen, so daß derselbe bis nahe zur oberen Windung der Dampfschlange gefüllt war. Alsdann liefs man Dampf cirkulieren und trug die Rohkrystalle nach und nach ein: An zwei querübergelegten Latten hängte man einen Drahtkorb, Fig. 45, in die Flüssigkeit hinein zur Aufnahme der Rohkrystalle und hielt denselben gefüllt, bis die ganze Menge aufgelöst war. Alsdann entfernte man den Korb und liefs die heiße Flüssigkeit klären, während immer noch Dampf durch die Schlange ging, bis die Lösung eine Stärke von 24° Tw. zeigte. Dann stellte man den Dampf ab und liefs weiter klären, bis die Lösung vollkommen farblos geworden war. Während die Operation des Auflösens 3 bis 4 Stunden in Anspruch nahm, dauerte das Klären allein 1 bis 1½ Stunden. Um das Klären zu beschleunigen, fügte man in einigen Fabriken zu jeder Auflösung 100 — 200 g Soda zu\*).

Man liefs dann die klare, noch heiße Lösung durch Gummischläuche in die Krystallisiergefäße abfließen.

Gewöhnlich machte man pro Tag eine Auflösung, oder auch drei in 2 Tagen, also pro Woche 9 Auflösungen.



\*) Lunge, Sodaindustrie. III p. 392.

Der feine rotbraune Bodensatz, welcher in den Auflösern zurückblieb, wurde so oft ausgereinigt, als es die übrige Arbeit irgend gestattete, sicher aber nach jeder dritten Auflösung.

Krystallisier-  
gefäße.

Die Krystallisiergefäße waren hölzerne Kästen, Fig. 46, mit Bleiblech ausgeschlagen und ohne Abflufs. Die Dimensionen wechselten etwas. Sie waren meistens 1,93 m im Innern lang, 1,30 m bis 1,32 m breit und 68 bis 72 cm tief. Im Jahre 1880 waren 24 solcher Kästen vorhanden, die in 12 Gruppen von je 2 Kästen aufgestellt waren. Ein Auflöser füllte

immer 2 Kästen an, daher wurden dieselben paarweise behandelt. Später stellte man noch einige Krystallisierkästen mehr auf von derselben Gröfse. Bevor die klare Chloratlösung einlief, stellte man, um den Krystallen eine gröfsere Oberfläche zum Ansetzen zu bieten, eine Anzahl Holzstäbe von 1,4 m Länge, 6 cm Breite und 2 cm Dicke schräg hinein. Dieselben waren so mit Chlorat durchtränkt, dafs sie nicht mehr in der Flüssigkeit schwammen. Sowie die Lösung eingelaufen war, wurden die Kästen mit aufgelegten Holzdeckeln zuerst locker, später dicht verschlossen, um sie vor Staub zu hüten. In diesem Zustande liefs man die Kästen 7 bis 10 Tage zur Krystallisation stehen. Während dieser Zeit schieden sich die Krystalle von chlorsaurem Kali in reinem und farblos durchsichtigem Zustande aus, meistens in Form von Blättern, doch kamen auch Zwillinge mit einspringenden Winkeln vor, die nach den drei Richtungen ziemlich gleich stark ausgebildet waren. Einer der gröfsten beobachteten Krystalle ist in Fig. 47 in natürlicher Gröfse dargestellt. Eine auffallende Erscheinung war, dafs man mitunter Krystalle fand, die, sonst farblos wie die übrigen, unter gewissem Winkel im reflektierten Lichte betrachtet, eine prachtvoll metallisch grüne, rote oder blaue Färbung zeigten. Die Färbung verschwand, wenn man den betreffenden Krystall in seiner eigenen Ebene um  $90^\circ$  drehte. Diejenigen Krystalle, welche blaues Licht reflektierten, liefsen in gewisser Stellung gelbes Licht durchgehen.

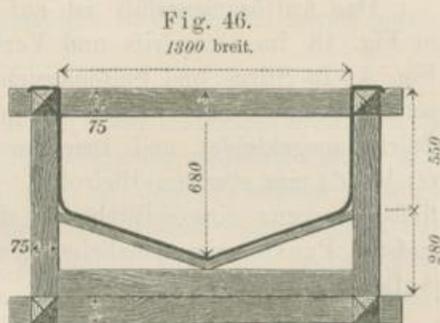
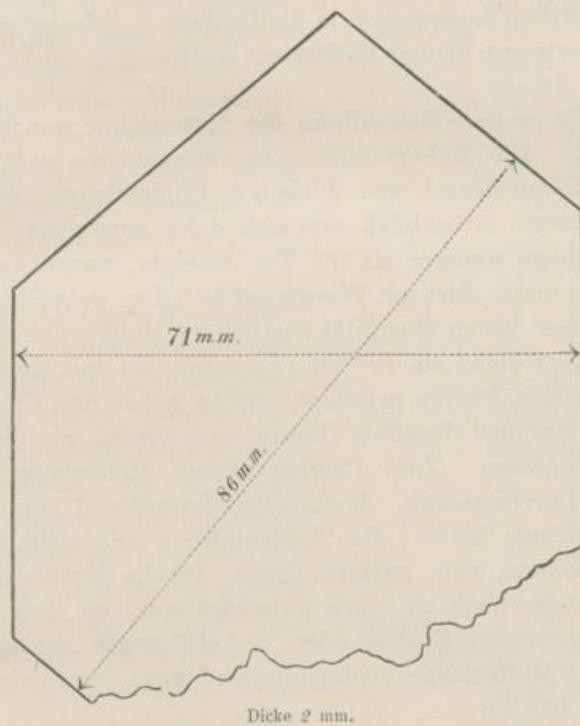


Fig. 46.  
1300 breit.  
Krystallisiergefäß ohne Abflufs.  
Länge = 1930.

Schon im Jahre 1864 berichtete Stolba<sup>1)</sup> über sehr große Krystalle von chlorsaurem Kali aus der Union Chem. Co. in St. Helens, welche bis 20 cm lang und breit und 2 mm dick wurden. Man ließ dort die warme Chloratlösung in großen Bleipfannen sehr langsam — über einige Wochen hin — abkühlen. Die Erfahrung hat gelehrt, daß das prachtvolle Farbenspiel mancher Krystallindividuen nur bei Krystallen auftritt, welche aus sehr reinen und klaren Lösungen sich abscheiden. Auch die Spaltungs-

Fig. 47.



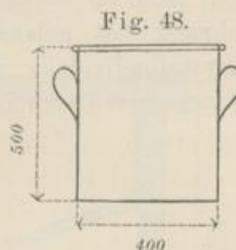
flächen dieser schief rhombisch krystallisierenden und parallel der Endfläche vollkommen teilbaren, ziemlich gleichseitig ausgebildeten sechsseitigen Tafeln zeigen die Farbenercheinung gleich schön<sup>2)</sup>.

Wenn eine Gruppe von Kasten entleert werden sollte, so heberte man die Mutterlauge ab, um sie entweder in einen Auflöser oder in die Einkochpfanne zu pumpen. Die Krystalle streifte

<sup>1)</sup> Dingers Journ. 174 p. 462.

<sup>2)</sup> Vergl. Journ. für praktische Chemie 1864, 93 p. 117.

man während der Zeit von den Holzlatten ab und häufte sie an einem Ende des Kastens auf. War die Mutterlauge nahezu abgezogen, so begofs man fleifsig den Krystallhaufen mit Mutterlauge, um den feinen rötlichen Bodensatz mechanisch auszuspülen, der sich trotz aller Vorsicht zwischen den Krystallen befand. Der letzte Rest der Mutterlauge mußte ausgeschöpft werden. Darauf wurden die Krystalle im Kasten selbst mit etwas reinem Wasser gewaschen, welches auch noch ausgeschöpft wurde, und kamen dann zum eigentlichen Auswaschen in die Drainer. Zum Hinübertragen dienten Gefäße aus Weisblech, Fig. 48.



Auflösungs-  
lauge.

Für die weitere Behandlung der Mutterlauge war ihre Stärke maßgebend. Die Rohkrystalle vom Oktagonhaus enthielten 78 bis 82% Kaliumchlorat und 3 bis 4% Chlorcalcium, welches in der Mutterlauge zurückblieb und sich darin anreicherte. Solange die Mutterlauge weniger als 16° Tw. anzeigte, wurde sie in einen Auflöser gepumpt, dort mit Wasser auf 10° Tw. gebracht, und zum Auflösen einer neuen Quantität von 610 kg Rohkrystallen benutzt. Hatte sie aber mehr als 16° Tw., so wurde sie zum weiteren Eindampfen in eine Pfanne gepumpt, welche neben dem Chlorathause aufgestellt war und dieselben Dimensionen besaß, wie die Pfannen des Oktagonhauses. Zum Pumpen dieser Mutterlauge benutzte man eine Taucherpumpe, deren Dampfzylinder 12 cm Durchm. und 26 cm Länge hatte. Das Eindampfen wurde nicht sofort begonnen, sondern man wartete damit, bis die Mutterlauge einer zweiten Gruppe auch zu stark geworden war, so daß man die Mutterlauge von 4 Kasten oder 2 Auflösungen zusammen mit noch älterer Mutterlauge eindampfte und zwar bis zu einer Stärke von 58 bis 64° Tw.

Aber diese Stärke war nicht immer die erstrebte. Wenn man nämlich eine solche Mutterlaugeinkochung vornahm, ohne ätere, schon einmal eingekochte Mutterlauge zuzufügen, so kochte man nur bis auf 40 bis 50° Tw. ein. Man steigerte diese Stärke allmählich bis zu der angegebenen und würde dieselbe überschreiten, wenn dann nicht Gefahr einträte, daß mit dem chlor-sauren Kali zugleich auch Chlorkalium auskrystallisierte.

Ein-  
gedampfte  
Mutterlauge.

Nachdem die eingekochte Mutterlauge die erwünschte Stärke erlangt hatte, ließ man sie in der Pfanne selbst möglichst gut klären, und hebte dann die noch heiße Lauge ab, um sie in

große schmiedeiserne Kühler ablaufen zu lassen. Dies waren große, flache Kasten von ähnlichen Dimensionen, wie sie bei den Mutterlängenkühlern des Oktagonhauses angeführt wurden. Hier waren jedoch nur 2 solcher Kühler vorhanden. Man ließ dieselben 3 bis 4 Wochen zum Krystallisieren stehen.

Nach Ablauf dieser Zeit wurde die starke Mutterlauge wieder in die Eindampfpfanne zurückgepumpt: Hierzu diente eine Handpumpe, welche in Fig. 49 dargestellt ist. In der Pfanne vermischte man die starke Mutterlauge mit frischer schwacher Mutterlauge von 16° Tw. aus dem Krystallhause, die zum Auflösen nicht mehr taugte, und dampfte die Mischung wieder ein bis zu 58 bis 64° Twaddel.

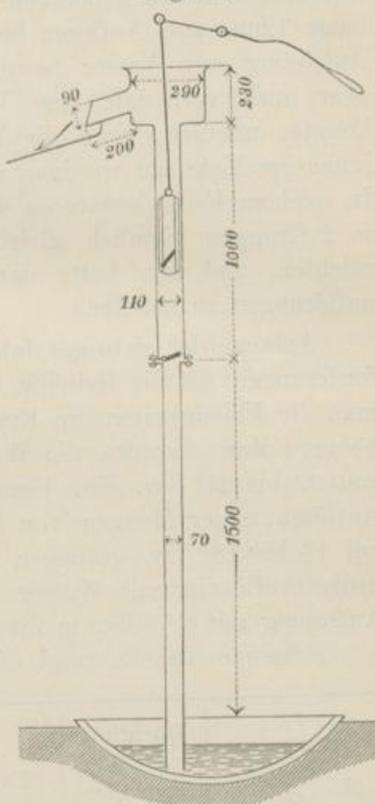
So fuhr man fort, die Mutterlauge immer wieder einzudampfen, bis ein Muster, im Laboratorium untersucht, zeigte, daß weiteres Eindampfen keinen Nutzen mehr hätte, wenn nämlich diese Mutterlauge der erschöpften Mutterlauge des Oktagonhauses ähnlich geworden war. Dies trat ein, wenn dieselbe bei einer Stärke über 60° Tw. weniger als 30 g Kaliumchlorat im Liter enthielt. Dann ließ man die Mutterlauge einfach in den Abzugskanal weglaufen, da ein Hinüberschaffen nach dem Oktagonhause zu umständlich war. Dies geschah nur einmal in 6 oder 7 Monaten, stellte aber bei einem ungefähren Quantum von 6000 Litern doch immer einen Verlust von ca. 180 kg Kaliumchlorat dar.

Für jeden Posten von Mutterlauge von 16° Tw., der aus dem Krystallhause hinausgeschickt wurde zum Eindampfen, wurde eine Auflösung mit Wasser gemacht. Statt der 610 kg Rohkrystalle der gewöhnlichen Auflösungen nahm man dazu 914 kg Rohkrystalle vom Oktagonhause oder solche gemischt mit Mutter-

Wasser-  
Auflösung.

Jurisch, chloresaur. Kali.

Fig. 49.



laugenkrystallen des Chlorathaus. Eine solche Wasserauflösung wurde auf 22° Tw. eingestellt und nach dem Klären in diejenige Gruppe von 2 Krystallisierkasten fließen gelassen, deren Mutterlauge aus dem Kreislauf ausgeschieden war. Gewöhnlich stellte sich die Notwendigkeit, eine Wasserauflösung zu machen, ein, wenn die Mutterlauge ihren Turnus durch 12 Gruppen von Krystallisierkasten genommen hatte, derart, daß also die Mutterlauge 12mal zum Auflösen benutzt wurde, während die dreizehnte Auflösung mit Wasser bewerkstelligt werden mußte. Es kam aber auch vor, daß eine Wasserauflösung ausgelassen werden konnte, nämlich wenn die Mutterlauge, die an der Reihe war, hinausgeschickt zu werden, noch nicht 16° Tw. erreicht hatte. In solchem Falle konnte es sich ereignen, daß die Mutterlaugen in 2 Gruppen ziemlich gleichzeitig die Grenze von 16° Tw. erreichten, und man hatte dann schnell hintereinander 2 Wasserauflösungen zu machen.

Stärke der  
Auflösungs-  
lauge.

Anfangs der siebziger Jahre, als man noch nicht so hohe Anforderungen an die Reinheit des fertigen Produktes stellte, hielt man die Flüssigkeiten im Krystallhause durchgängig um 2° Tw. höher: Man dampfte die Wasserauflösung bis zu einer Stärke von 22 bis 24° Tw. ein, benutzte die Mutterlauge solange zum Auflösen neuer Mengen von Rohkrystallen, bis ihre Dichtigkeit auf 16 bis 18° Tw. gestiegen war, verdünnte dieselbe bei jeder neuen Auflösung mit Wasser bis auf nur 12° Tw. und ließ die Auflösung mit 26° Tw. in die Krystallisierkasten ablaufen.

Folgende Tabelle zeigt die Arbeit jener Tage:

Datum der Auflösung 1873	Quantität von Roh- krystallen Cwts.	°Twaddel	Nummern der Krystallisier- kasten	Datum der Entleerung der Kasten
31. Oktober	18	22	3 und 4	7. November
1. November	12	26	15 „ 16	8. „
3. „	12	26	17 „ 18	10. „
4. „	12	26	11 „ 12	11. „
4. „	12	26	13 „ 14	12. „
5. „	12	26	7 „ 8	12. „
6. „	12	26	9 „ 10	13. „
6. „	12	26	5 „ 6	14. „
7. „	12	26	1 „ 2	14. „

Datum der Auflösung 1873	Quantität von Rohkrystallen Cwts.	°Twaddel	Nummern der Krystallisierkasten	Datum der Entleerung der Kasten
7. November	12	26	3 und 4	15. November
8. "	18	22	15 " 16	17. "
10. "	12	26	17 " 18	18. "
10. "	18	22	19 " 20	18. "
11. "	12	26	11 " 12	19. "
12. "	12	26	13 " 14	20. "
12. "	12	26	7 " 8	21. "
13. "	12	26	9 " 10	21. "
14. "	12	26	5 " 6	22. "
14. "	12	26	1 " 2	24. "

Anmerkung zur Tabelle: 18 Cwts. = 914 kg; 12 Cwts. = 610 kg.  
Die Unregelmäßigkeiten in der Reihenfolge der Kasten wurden dadurch veranlaßt, daß dieselben mitunter zu Reparaturen ausgeschaltet werden mußten.

Die Mutterlaugenkrystalle wurden zunächst mit der Mutterlauge selbst gewaschen, um den roten Schlamm mechanisch zu entfernen, dann mit etwas Wasser umgeschaufelt und in einen Drainierkasten gebracht, der ebenso eingerichtet war, wie die Drainer für die Rohkrystalle im Oktagonhause. Hier fand das eigentliche Waschen, und zwar sehr sorgfältig statt. Alle Waschwässer wurden in die Eindampfpfanne gepumpt. Man ließ tagelang abtropfen und nahm immer die obersten, reinsten Schichten ins Krystallhaus, um sie mit den Rohkrystallen zusammen aufzulösen. Mitunter machte man auch eine Auflösung von Mutterlaugenkrystallen allein.

Mutterlaugenkrystalle.

Die reinen Chloratkrystalle wurden früher in spitz zulaufenden leinenen Beuteln gewaschen, die in Rahmen hingen, und die zugleich dazu dienten, das Chlorat nach dem Abtropfen zu den Trockenbetten zu tragen. Seit Mitte der siebziger Jahre verließ man dies System und stellte Kastendrainer auf mit durchlöcherter Boden und Leinwandauskleidung. Schließlich ging man 1881 zu dem Drainer über, der auf Tafel III, Fig. 50 im Grundriß, Seitenansicht und Querschnitt dargestellt ist. Derselbe bestand aus einem mit Bleiblech ausgefüllten Kasten, der im Innern eine auf den punktierten Trägern ruhende filtrierende Schicht besaß. Die letztere bestand aus 2 Teilen: Auf den punktierten Trägern, die in die Bleiauskleidung hineingestellt wurden, und die am Boden Pforten

Feinkrystalle.  
Drainer.

hatten, damit alle Abteilungen miteinander kommunizierten, ruhte ein grobes Drahttuch, welches stark genug war, um die Last der nassen Krystalle zu tragen, ohne sich durchzubiegen. Auf dem Drahtnetz lag ein Blechsieb aus Kupfer oder Messingblech mit 1,5 bis 2 mm weiten eingestanzten Löchern, auf welches die zu waschenden Krystalle geschüttet wurden. Der Raum unter dem Filterboden hatte zwei Ausflußöffnungen: eine für den natürlichen Abfluß des Waschwassers, und eine, um die Verbindung mit einer Luftpumpe herzustellen. Diese Drainer bewährten sich ausgezeichnet; namentlich fielen hierbei die häufigen Reparaturen fort, welche das Zeugfilter erforderte. Es waren 2 solcher Drainer vorhanden. Nachdem die Krystalle hineingethan waren, wurden sie mit reinem, kaltem Wasserleitungswasser übergossen, der Menge nach etwa mit ihrem eigenen Volumen. Das Wasser wurde zu diesem Zwecke in einem Behälter in einer Höhenlage über den Auflösern stets vorrätig gehalten. Der Behälter mußte jeden Monat einmal gereinigt werden, weil sonst das Wasser trübe wurde.

Man ließ das Waschwasser aus dem Drainer an der tiefsten Stelle frei abfließen in eine davor eingesenkte Schale, von wo aus dasselbe durch einen hineingetauchten Gummischlauch nach einem Auflöser gepumpt wurde. Wenn das Waschwasser abgelaufen war, schloß man diesen Ausfluß ab und verband den anderen mit dem Exhaustor, um Luft durch die Krystallmasse zu saugen und dieselbe dadurch schneller abtropfen zu lassen.

Muster-  
ziehung.

Um zu untersuchen, ob die Krystalle genügend gewaschen waren, zog man von wenigstens 2 Plätzen nahe dem Boden ein Muster. Dasselbe durfte, im Laboratorium getrocknet, früher höchstens 0,05 bis 0,06 % Chlorcalcium, seit Mai 1876 aber höchstens nur 0,04 % enthalten. Ergab die Probe einen höheren Gehalt von Chlorcalcium, so mußten die Krystalle noch einmal gewaschen werden. Wenn in einem solchen Falle schon viel Wasser zum Waschen angewendet worden war, so hob man die oberen Lagen ab, brachte dieselben nach den Trockenbetten und wusch nur die unteren Lagen noch einmal.

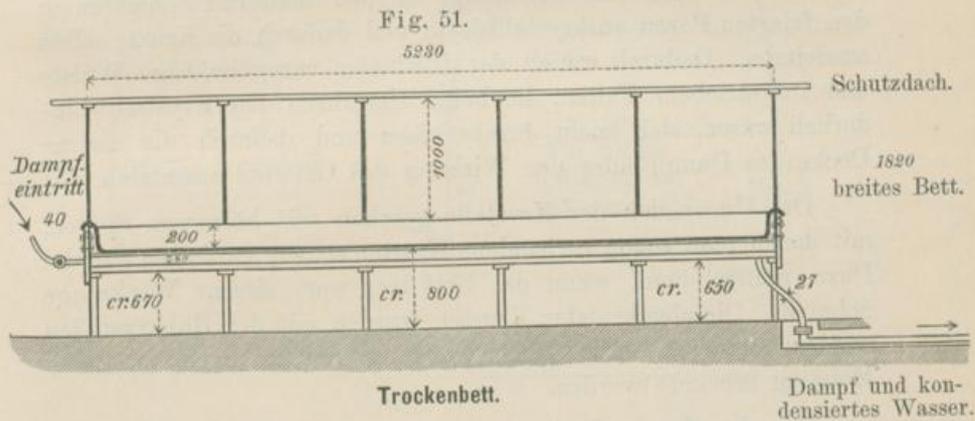
Das Transportieren der fertig gewaschenen, reinen Krystalle nach den Trockenbetten geschah in denselben Henkelgefäßen aus Weißblech, Fig. 48, Seite 48, die schon früher erwähnt wurden.

Im Februar und März 1881 wurden Versuche gemacht, die reinen Krystalle statt in den beschriebenen Drainern in einer Centrifuge zu waschen, welche im Oktagonhause so gute Resultate geliefert hatte. Aber hier im Krystallhause stellte sich die An-

wendung derselben als unvorteilhaft heraus, weil man viel mehr Waschwasser brauchte, um die Krystalle bis zu demselben Grade der Reinheit zu waschen, als in den Drainern. Man blieb daher bei diesen.

Die Trockenbetten, Fig. 51, bestanden aus flachen Kästen von 5,23 m Länge, 1,82 m Breite und nur 8 cm Höhe, welche aus Eisenblechen luftdicht zusammengenietet waren. Jeder derselben ruhte auf einer Unterlage von Brettern, die ihrerseits durch 6 Winkeleisen und 12 Füße gestützt wurde. Der Kasten wurde durch Wasserdampf erhitzt. Das Dampfeintrittsrohr hatte 40, das Austrittsrohr 27 mm Durchmesser. Die Aufstellung hatte eine Neigung von etwa 2 cm, um das kondensierte Wasser abfließen zu lassen. Die Seitenwände des Dampfkastens ragten

Trocken-  
betten.



20 cm hoch empor und bildeten ein flaches Becken, welches mit Bleiblech von 7 Pfund pro Quadratfuß englisch ausgeschlagen war. Hierher wurden die Chloratkrystalle geschüttet und ausgebreitet. Zum Schutze gegen Staub und etwaigen Schmutz, der von dem eisernen Dachgebilde herabfallen könnte, trug jedes Trockenbett ein flaches Dach aus Zinklech, welches in 1 m Höhe durch 12 Träger aus Winkeleisen gehalten wurde. Es waren 3 solcher Darren vorhanden, welche im Trockenhause nebeneinander aufgestellt waren, so daß 2 Gänge von etwa 1 m Breite freiblieben.

In der Fabrik von Kurtz in St. Helens benutzte man Trockenbetten aus Holz, die mit Bleiblech ausgeschlagen waren. Sobald die feuchten Krystalle aus den Drainern auf die Darren geschüttet waren, wurden sie mit hölzernen Rechen ausge-

breitet, so daß sie eine Schicht von 8 bis 9 cm Dicke bildeten. Jedes Bett konnte in dieser Weise 250 bis 300 g Chloratkrystalle aufnehmen. Das Trocknen einer solchen Beschickung dauerte ca. 24 Stunden. Daher waren die 3 Darren ausreichend für eine Produktion bis zu 5 Tons pro Woche.

Während des Trocknens mußten die Krystalle häufig gewendet werden; ferner mußte man suchen, die Bildung von Krusten auf dem Bleiboden möglichst zu verhindern. Die Krusten verursachten einen doppelten Nachteil: einmal verhinderten sie die Transmission der Wärme von dem geheizten Boden und verzögerten dadurch das Trocknen der Krystalle, und dann übten sie eine dehnende Wirkung auf die Bleiauskleidung aus, indem die Feuchtigkeit aus den Krystallen, die ja eine Lösung von Chlorat und Chlorealcium war, hineinzog, in den heißeren Schichten in den feinsten Poren ankrystallisierte und dadurch die Kruste selbst ausdehnte. Dadurch erhielt der Bleiboden unregelmäßige Wulste und aufgetriebene Falten, die beim Umrühren der Krystalle hinderlich waren, sich leicht durchstießen und dadurch die eiserne Decke des Dampfbades der Wirkung des Chlorats aussetzten.

Das Umwenden der Krystalle geschah mit hölzernen Spaten, mit denen man schon vorhandene Krusten schwer entfernen konnte. Dazu mußte man, wenn das Bett leer war, eiserne Werkzeuge nehmen. Die abgekratzten Krusten wurden mit den Rohkrystallen wieder aufgelöst. Die Bleiauskleidung mußte nach mehreren Monaten erneuert werden.

Von den Trockenbetten wurden zwei Muster gezogen: eines bald nach dem Ausbreiten, um eine Kontrollprobe auf den Chlorealciumgehalt zu machen; überschritt derselbe die Maximalgrenze, so wurden die Krystalle in den Drainer zurückgebracht und nochmals gewaschen; — und eines, wenn die Krystalle trocken zu sein schienen, um ihren Feuchtigkeitsgehalt zu prüfen. Derselbe durfte nicht mehr als 0,25 % betragen. Wurde ein größerer Wassergehalt gefunden, so mußte das Trocknen noch fortgesetzt werden.

Sieben der  
Krystalle.

Die trockenen Chloratkrystalle wurden durch ein grobes Handsieb in zwei Sorten geschieden. Je nach dem Bedarf nahm man dazu eine Maschenweite von 5 oder 10 mm. Die großen Krystalle wurden sofort verpackt und zwar meistens in Fässern, Fig. 52, zu je 1 Cwt. netto; selten wurden Fässer zu 5 Cwts., Fig. 53, verlangt. Die kleineren Krystalle wurden gemahlen.

Das Mahlen geschah zwischen zwei Mhlsteinen von sehr hellem, franzsischem Granit, Tafel IV, Fig. 54, von denen der untere festlag und nur der obere sich drehte. Die zum Betriebe ntige Dampfmaschine hatte einen Dampfeylinder von 21 cm Durchmesser und 43 cm Lnge. Die Winkelbertragung durch 2 konische Zahnrder befand sich in dem Gehuse unterhalb des Mahlganges. Der obere Stein trug an seiner Peripherie 2 Dorne, welche das gemahlene Chlorat herumfegten und in den Auswurftrichter fallen liefsen.

Chlorat-  
mhle.

Fig. 52.  
Fr 50,8 kg Kaliumchlorat  
in Krystallen.

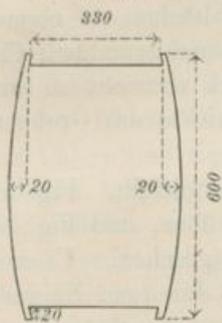


Fig. 53.



Das Chlorat wurde durch den Trichter eingefhrt, der in einem Rahmen ber dem Schttelboden hing. Beide waren aus Holz. Der Schttelboden hing an 4 Lederriemen, von denen 2 am Trichter und 2 am eisernen Rahmen befestigt waren, der auch den Trichter trug. Dadurch, dafs man einen der beiden letzteren Riemen mehr anzog als den anderen, wurde die eine Seitenwand des Schttelbodens gegen den auf der rotierenden Achse des Mhlsteines befestigten Schttler, Tafel IV, Fig. 55, gedrckt und dadurch hin- und hergerttelt. Die Erschtterung teilte sich auch in geringerem Grade dem Trichter mit, so dafs die eingeschtteten Krystalle, ohne sich je zu stauen, in die ffnung des Mahlganges hinabglitten.

Das Loch im oberen Stein hatte 254 mm, das im unteren 191 mm Durchmesser. Der Durchmesser der Steine selbst betrug

864 mm. Der untere Mühlstein ruhte in einem gufseisernen Gehäuse von 902 mm innerem Durchmesser. Der obere, rotierende Stein war mit einer schmiedeisernen Hülle von 933 mm innerem Durchmesser umgeben. Das gemahlene Chlorat fiel in einen geschlossenen gehaltenen Kasten.

Es waren 2 solcher Mühlen vorhanden, welche abwechselnd arbeiteten, damit die Steine niemals zu heiß würden und Zeit hätten, abzukühlen. Man ließ eine Mühle nicht gern länger als 2 bis 3 Stunden ununterbrochen gehen; und selbst dabei hielt man von Zeit zu Zeit auf einige Minuten inne. Bei so großer Vorsicht kamen Explosionen in der Mühle auch nur sehr selten vor. Es brannten dann die Holzklötze fort, welche an verschiedenen Stellen des unteren Mühlsteines eingesetzt waren.

Um eine zu große Erhitzung der Mühlsteine zu vermeiden, wurde der obere so eingestellt, daß das einmal gemahlene Chlorat noch nicht ganz fein genug war, um sofort verpackt zu werden. Sondern man siebte das Feine aus und schickte das Grobe nochmals durch die Mühle.

Chloratsieb.

Das Chloratsieb ist auf Tafel IV dargestellt. Fig. 56 ist die Seitenansicht, Fig. 57 die Ansicht von oben, und Fig. 58 die Ansicht eines Querschnittes vom Auge aus gesehen. Es bestand aus einem hölzernen Kasten, welcher mit 3 bis 4 cm Neigung auf 3 Stützpunkten ruhte. Am oberen Ende hing das Sieb mit einem Ringe auf einem kurzen aufrechten Dorn, der, selbst beweglich, mittels eines horizontalen Bolzens in einem eichenen Pfahl befestigt war. Die beiden anderen Stützpunkte wurden am unteren Ende durch 2 Friktionsrollen gebildet, von denen in Fig. 59 eine in größerem Maßstabe skizziert ist. Der Kasten enthielt 2 Fächer, von denen das obere um 20 cm über das untere hinausragte. Beide Fächer waren durch Rahmenwerk und das eigentliche Sieb voneinander geschieden, welches eine Länge von ca. 1,28 m und eine Breite von ca. 54 cm besaß. Dasselbe bestand aus Messingdraht und hatte 30 Drähte pro 1 cm. Dieses Drahtsieb war auf einen Rahmen gespannt und durch Stellklammern derart befestigt, daß man es leicht herausnehmen konnte. Es mußte häufig untersucht werden, ob es keine Löcher oder Risse bekommen hätte. Das obere Fach war durch einsetzbare Holzdeckel mit Stellklammern geschlossen. Das zu siebende Chloratmehl wurde durch einen Holztrichter, welcher, auf 2 Zapfen ruhend, hin und her schaukeln konnte, in die obere Kammer eingeführt. Die Verbindung zwischen Trichter und Siebkasten war durch Leder herge-

stellt. Am unteren Ende trug der Siebkasten eine schmiedeeiserne Leiste, welche den Kasten fest einklammerte, unten an der Seite einen 3 cm starken Zapfen, der durch einen 52 cm langen und 5 cm dicken Schüttelarm mit einer Kurbel von 55 mm Excentrizität in Verbindung stand. Das horizontale Schwungrad machte etwa 80 Umdrehungen per Minute. Um ein zu starkes Hochfliegen des Siebkastens während des Schüttelns zu verhindern, war derselbe an beiden Seiten durch starke, breite Lederriemen an dem Gestell befestigt, welches die Friktionsrollen trug. Aber trotzdem war es nicht ganz zu vermeiden, daß der Siebkasten sich bei jeder hin- und hergehenden Bewegung etwas von den Rollen abhob und dann wieder niederfiel. Um aber diese Schläge wenigstens abzuschwächen, war der Kasten mit einem dicken Lederstreifen versehen, welcher die Bahn der Friktionsrollen bedeckte. Trotzdem erhitzen sich dieselben zuweilen so stark, daß das mit Chloratstaub imprägnierte Schmieröl detonierte.

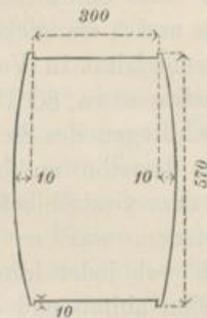
In der Liverpoolschen Fabrik von James Muspratt & Sons war das Chloratsieb ziemlich steil aufgestellt und hatte eine sehr viel größere Amplitudo. Aber die hier beschriebene Einrichtung des Chloratsiebes erfüllt sehr gut ihren Zweck, erfordert wenig Kraft und verursacht geringe Abnutzung.

Das durchgesiebte Chloratmehl fiel durch einen Lederschlauch in einen Kasten, von dem aus es verpackt wurde. Das gröbere Mehl, welches auf dem Sieb zurückblieb, gelangte ebenfalls durch einen Lederschlauch in einen Kasten, von dem es wieder in die Mühle geschickt wurde. Die beiden Lederschläuche waren sowohl am Siebkasten als auch an dem davorstehenden Kasten ange-nagelt, und so lang, daß sie der Bewegung des Siebkastens folgen konnten, ohne an ihren Befestigungen zu zerren.

Das von der Mühle gelieferte Chloratmehl wurde nicht sofort gesiebt, sondern erst noch auf einem besonderen kleinen Trockenbett nochmals getrocknet. Man benutzte dazu auch ein großes Trockenbett, wenn ein solches gerade frei war. Die kleine Menge Flüssigkeit, welche in den Krystallen eingeschlossen war und beim Mahlen sich dem Pulver mittheilte, war genügend, um die feinen Maschen des Chloratsiebes zu verstopfen und dadurch das Sieben zu verzögern. Der Siebkasten mußte dann geöffnet werden, um das Drahttuch mit einer Bürste zu reinigen. Wenn man aber das gemahlene Chlorat nochmals trocknete und noch warm in das Sieb brachte, so konnte man in kürzerer Zeit sehr viel mehr leisten.

Verpackung. Dagegen durfte man das warme gesiebte Chloratmehl nicht sofort in Fässer verpacken, sondern mußte es erst abkühlen lassen. Heiß verpacktes Chloratmehl backte in den Fässern zu einem festen Klumpen zusammen, der bei seiner späteren Verwendung lästig war. Daher schüttete man das feine Chloratmehl auf eine Bleiplatte zum Kühlen und packte es nur in dem Maße, als es kalt wurde, in mit blauem Papier ausgefütterte Fässer von je 1 Cwt., deren Dimensionen in Fig. 60 angegeben sind.

Fig. 60.  
Für 50,8 kg Kaliumchlorat,  
gemahlen.



Bedienung. Zur Bedienung des ganzen Chloratprozesses war 1874 folgendes Personal vorhanden:

- 1 Aufseher im Oktagonhause mit Kontraktverhältnis,
- 1 Mann für die Oktavons bei Tage . . . . . 5 Mark,
- 1 Mann für die Oktavons bei Nacht . . . . . 5 "
- 2 Mann an den Eindampfpfannen, Pumpen etc. à 4 "
- 1 Mann für die Hurter-Deacon-Oktavons . . . . . 5 "
- 1 Vorarbeiter im Chlorathause . . . . . 5 "
- 2 Mann . . . . . à 4 "

Im Chlorathause wurde nur bei Tage gearbeitet.

Im Jahre 1881 war die Bedienung vereinfacht namentlich durch die Wasserverschlüsse auf den Hurter-Deacon-Oktavons. Außer dem Aufseher im Oktagonhause mit Kontrakt, welcher nur während des Tages zugegen war, waren dort nur 2 Mann bei Tage und 2 Mann bei Nacht beschäftigt. Der Vorarbeiter erhielt auf jeder Schicht 4,25 Mark und der Gehilfe 3,50 Mark. Diese Leute hatten folgende Arbeiten zu verrichten: Kalk zu löschen, die Oktavons zu beschicken, das Abfließen der Oktagonlauge und das Pumpen zu besorgen, die Rohkrystalle zu tragen, Chlorkalium zu holen, die Pumpenbehälter, Klärgefäße und Oktavons zu reinigen, die Eindampfpfanne zu heizen, Kohle herbeizuschaffen, die Mutterlauge zu pumpen und den Mutterlaugechlorentwickler zu betreiben.

Außerdem wurde die Chloratfabrik noch mit der Ausgabe für einen Kesselheizer zu 4 Mark pro Schicht belastet.

Im Chlorat- und Krystallhause war ein Vorarbeiter nur bei Tage beschäftigt zu 4,50 Mark pro Schicht, welcher die Mühle und das Sieb zu treiben und außerdem die Trockenbetten, das Packen, die Auflösungen und die Mutterlaugenoperationen zu beaufsichtigen hatte. Derselbe erhielt außerdem eine Prämie von 0,25 Mark für jede 50 kg Chlorat, die über 3000 kg pro Woche gepackt wurden.

Ferner 1 Gehilfe, welcher Mühle und Sieb nicht anrühren durfte, zu 3,50 Mark pro Schicht und einer Prämie von 0,15 Mark pro 50 kg Chlorat über 3000 kg pro Woche.

Endlich 1 Knabe zum Zuschlagen der Fässer zu 2 Mark pro Schicht.