das Kobaltchlorid in Äther nicht unbeträchtlich löslich ist, so daß die ätherische Lösung wiederholt mit verdünnter Salzsäure ausgeschüttelt werden muß, falls auch das Kobalt bestimmt werden soll. Hat man Nickel von Kobalt und Eisen in der oben beschriebenen Weise getrennt, so kann man im Filtrate das Dimethylglyoxim durch wiederholtes Eindampfen mit Salzsäure zerstören und Eisen und Kobalt nach einer der bekannten Methoden trennen.

Freiberg i. S., Chemisches Laboratorium der Bergakademie.
[A. 52.]

Eine neue Rührwerkskonstruktion.

Vortrag, gehalten in der Versammlung des Märkischen Bezirksvereins
am 17. März 1914.

Von LUDWIG WICKOP, Chem.-Ingenieur.

(Eingeg. 15./4. 1914.)

Rührwerke verwendet man in der Industrie hauptsächlich zum Mischen von Flüssigkeiten untereinander, sowie zum Mischen von solchen mit festen Stoffen, häufig auch zum Mischen mit Gasen.

Die Zwecke des Rührens sind sehr mannigfaltig, und es ist deshalb auch die Zahl der verschiedenen in der Technik zur Verwendung kommenden Rührwerkskonstruktionen sehr groß.

An erster Stelle ist wohl hier das Umrühren mit Gasblasen zu nennen; man verwendet hierzu einen Dampfstrahl-Luftdruckapparat, ein sogenanntes Rührgebläse, welches durch die Firma Gebr. Körting in Hannover in der ganzen industriellen Welt bekannt ist. In allen Fällen ist dieser Apparat jedoch nicht mit Vorteil zu verwenden, auch kann demselben ein verhältnismäßig großer Dampfkonsum nicht abgesprochen werden.

Als Vorbild der mechanischen Rührvorrichtungen ist wohl der Handquirl anzusehen; es sind auch Rührwerke nach diesem Prinzip konstruiert, und zu industriellen Zwecken in großer Anzahl und in mannigfacher Ausführung für Hand- und Maschinenbetrieb in Gebrauch.

Die einzelnen Anordnungen, wie Flügel-, Planeten-, Propeller- usw. Rührwerke hier näher zu beschreiben, erübrigt sich, da sie jedem in der chemischen Technik stehenden aus eigener Praxis bekannt sind.

Die einzelnen Konstruktionen haben nun ihre Vorteile und ihre Nachteile.

Es kommt sehr darauf an, wie ein Rührwerk angeordnet ist, wie es mischt und rührt, ob es auch sämtliche Teile der zu rührenden Flüssigkeit in Bewegung bringt, oder ob es nur Teile des Gefäßinhaltes in genügende Berührung bringt, und andere nur ungünstig beeinflusst werden, wieviel Kraft und Zeit es beansprucht, um ein gewisses Quantum zu leisten, überhaupt, ob es seinen Zweck erfüllt.

Bei dem stehenden Rührwerk, wie es ja meistens für Flüssigkeiten verwendet wird, ist es bekanntlich sehr wesentlich, daß es die zu mischende und zu rührende Masse nicht einfach vor sich herschiebt, sondern, daß auch ein wirkliches Mischen erreicht wird.

Zu diesem Zwecke bringt man nun vielfach an den Wänden der Rührgefäße Leisten, sogenannte Wellenbrecher, an. An diesen stößt sich die in Bewegung versetzte Flüssigkeit, hierdurch wird den Flüssigkeitsteilchen eine andere Richtung gegeben wie die, welche sie durch die Bewegung der Rührflügel oder Schrauben erhalten, und hierdurch wird dann wieder eine innigere Mischung der Masse verursacht.

Auch hat man Anordnungen getroffen, bei denen in einem Gefäße verschiedene Rührwerke angebracht sind, die jedes nur einzelne Teile der umzurührenden Masse in Bewegung setzen. Hierbei brechen sich dann einzelne Teile der gebildeten Mischwellen an den Berührungsstellen, wodurch wieder andere Teile der Mischung miteinander in Berührung kommen und eine bessere Mischung veranlaßt wird.

Auch läßt man einzelne Teile eines Rührwerkes in ver-

schiedener Richtung arbeiten, was ebenfalls eine gute Mischung hervorruft.

Solche Konstruktionen muß man z. B. anwenden, wenn die Gefäße, in welchen das Rühren vor sich gehen soll, keinen kreisförmigen Querschnitt haben, also bei quadratischem oder rechteckigem Kasten.

In diesen baut man auch wohl zwei oder mehrere einzelner Rührsysteme ein, um eine innige Mischung zu erhalten.

Solche Konstruktionen sind verhältnismäßig kompliziert, daher kostspielig und beanspruchen viel Kraft, verteuern deshalb oft die Fabrikation nicht unbeträchtlich.

Alle diese Nachteile hat nun die Konstruktion, welche ich hier besprechen möchte, nicht aufzuweisen. Im Gegenteil hat diese sehr einfache Anordnung bedeutende Vorzüge gegen alle anderen bisher gebräuchlichen Rührwerkskonstruktionen.

Diese besonderen Vorzüge sind, kurz zusammengefaßt, die folgenden:

Inniges, durchaus gleichmäßiges Vermischen in allen Höhenlagen,

erheblich abgekürzte Mischdauer,
bedeutend verringerter Kraftbedarf,
weniger Konstruktionsteile in der Flüssigkeit,
lange Lebensdauer,
leichte Reinigung,
in jedem Material herstellbar.

Das Rührwerk, um welches es sich hier handelt, wird von der Rührwerkefabrik, G. m. b. H. in Berlin, Gerichtsstraße 2, welche die betreffenden Patente besitzt, in den Handel gebracht, seine Konstruktion ist aus nachstehender Zeichnung im Prinzip zu ersehen.

Das Rührwerk selbst besteht aus einem einfachen Flügel, dessen Form so gewählt ist, daß die durch die zentrifugale Wirkung hervorgerufene trichterförmige Absenkung der Oberfläche günstig beeinflusst wird, und verbraucht selbst bei schneller Umdrehung nur sehr wenig Kraft.

Der Antrieb geschieht in bekannter Weise mit Kegelhäderübersetzung von der auf dem Gefäß montierten horizontalen Welle aus.

Eine besondere Eigentümlichkeit dieser Rührwerksvorrichtung sind nun die besonders geformten Wellenbrecher, welche in dieser Form bisher noch nicht zur Anwendung gekommen sind.

Dieselben sind nicht, wie es bisher bei anderen Rührapparaten der Fall ist, an den Wänden des Gefäßes stabil befestigt, sondern befinden sich an in der Höhenrichtung verschiebbaren Stangen, welche man durch eine sehr einfache Anordnung beliebig einstellen kann.

Sie können je nach dem Zweck, welchem sie dienen sollen, beliebig ausgebildet werden. Bei Gebrauch sind diese Brecher so einzustellen, daß sie gerade die Oberfläche der ruhenden Flüssigkeit schneiden, wodurch sie bei der Bewegung des Mischflügels eine Störung der im Flüssigkeitsflügel und in dem durch die Rührbewegung gebildeten Trichter vorhandenen Oberflächenspannung bewirken.

Durch diese Störung der Oberflächenspannung wird erreicht, daß sich die Flüssigkeit, welche sich ohne diese Leisten nur in konzentrischer Kreisbewegung um die Achse

drehen würde, strudelartig in den Trichter hineinstürzt und an den Seiten des Gefäßes mit großer Geschwindigkeit wieder emporsteigt.

Diese Oberflächenleisten sind in ihrer Wirkung von den vorher erwähnten bekannten Flüssigkeitsbrechern durchaus verschieden, und ihre Wirkung ist mit der der letzteren in keiner Weise zu verwechseln, denn diese tauchen stets tief in die Flüssigkeit ein, wodurch sie der rotierenden Masse einen erheblichen Widerstand entgegensetzen, steigern dadurch erheblich und unnötig den Kraftbedarf, ohne daß eine mit der durch die neue Konstruktion bewirkte gleichartige Mischung eintritt, da sie sowohl das Überströmen der Flüssigkeit wie die Trichterbildung verhindern.

Ich möchte Ihnen, meine Herren, nun an einigen Beispielen die vorzügliche Mischwirkung vorführen, weshalb ich einige Modellapparate aufgestellt habe, an welchen Sie sich hiervon leicht überzeugen können.

Zuerst werde ich ein nur mit klarem Wasser gefülltes Rührgefäß in Tätigkeit treten lassen und das Rührwerk in Bewegung setzen ohne Mitwirkung der Leisten.

Sie sehen nun deutlich die Bildung des vorher erwähnten Trichters. Wenn ich nun die Leisten herunterschiebe, bis diese die Oberfläche des Wassers schneiden, so sehen Sie, wenn ich den Apparat wieder in Bewegung setze, deutlich, wie sich das Wasser mit Gewalt in den gebildeten Trichter hinein ergießt.

Die Mischwirkung sieht man auch sehr schön bei einer Mischung von Sand mit Wasser, wozu ich ebenfalls einen Apparat aufgestellt habe, man kann deutlich bemerken, wie Stoffe von so ungleichem spezifischen Gewichte, wie Wasser und Sand, vollständig gleichmäßig gemischt werden.

Es eignet sich diese Konstruktion deshalb wegen ihrer Einfachheit der Anordnung als Rührwerk von Montejus, mittels welcher leicht trennbare Gemische in guter Mischung in Filterapparate gedrückt werden sollen.

Man ist bisher immer gezwungen gewesen, wenn man solche Mischungen filtrieren wollte, liegende Montejus zu verwenden, weil man aus den stehenden derartige Gemische nur sehr unvollständig herausholen kann.

Ein großer Teil der festen Bestandteile bleibt fast immer am Boden des Druckgefäßes zurück, es ist dadurch ein öfteres Besteigen und Reinigen des Kessels notwendig.

Bekanntlich nehmen auch liegende Druckgefäße, besonders wenn sie mit Rührwerk ausgestattet sind, viel mehr Raum ein, wie stehende, es dürfte deshalb in Zukunft bei diesen Apparaten das hier gezeigte Rührwerk eine häufige Anwendung finden.

Es lassen sich alle möglichen spezifisch noch so verschiedenartigen Substanzen mit dieser einfachen Konstruktion sehr gleichartig mischen; so habe ich z. B. hier einen Asphaltlack, welcher bekanntlich sehr zähe ist.

Sie werden gleich sehen, wie verhältnismäßig leicht derselbe hier mit Wasser gemischt werden kann, es eignet sich die Vorrichtung also auch vorzüglich zur Herstellung von Emulsionen.

Um Ihnen nun auch einige chemische Vorgänge mit dem Rührwerk vorzuführen, möchte ich Ihnen noch folgendes zeigen:

Es dürfte Ihnen bekannt sein, daß man das Kaliumbichromat aus dem Natriumbichromat durch Umsetzung des letzteren mit Chlorkalium gewinnt, indem man sich die sehr verschiedene Löslichkeit der beiden Bichromate zunutze macht.

Um bei diesem Prozeß gleich eine reichliche Bildung von Kalisalz zu erreichen, muß man in sehr konz. Lösung und mit erhitzten Laugen arbeiten, welche man dann wieder vollständig abkühlen muß, um alles Kaliumbichromat, welches ohne weitere Eindampfung zu erhalten ist, herauszubekommen.

Man verfährt hierbei in folgender Weise:

Die hochkonzentrierte Natriumbichromatlösung — man geht bis etwa 65° Bé. — läßt man zuerst erkalten, damit sich das beim Eindampfen ausgeschiedene Natriumsulfat absetzen kann und man eine klare Lauge erhält. Diese Lauge muß man wieder anwärmen, ehe man zur Umsetzung schreitet, ebenso muß man sich eine heiß bereitete Chlor-

kaliumlösung verschaffen.

Man läßt dann zu der in einem Rührgefäß befindlichen Natriumbichromatlösung das Chlorkalium zulaufen, es beginnt sogleich die Ausscheidung von Kaliumbichromat, und man muß mit dem Rühren fortfahren, bis die ganze Flüssigkeit vollkommen erkaltet ist, was unter Umständen bis zu 24 Stunden dauert, wenn man an dem Apparat keine Kühlvorrichtung angebracht hat; und Kühlwasser kostet Geld.

Anders ist es bei Anwendung dieses neuen Rührwerkes. Man braucht die einmal erkaltete Natriumbichromatlösung nicht vor der Umsetzung wieder zu erwärmen, man braucht das Chlorkalium nicht in eine heiße gesättigte Lösung zu bringen, sondern kann dasselbe, dank der vorzüglichen Mischungsapparatur, in trockenem Zustande, allerdings fein gepulvert, zugeben. Die vollständig gleichmäßige Umsetzung erfolgt sofort und sehr ausgiebig, und der Prozeß ist in ein paar Stunden beendet.

Man braucht also nicht bis zum folgenden Tage wegen der Abkühlung zu warten, sondern kann das ausgeschiedene Salz sofort durch Zentrifugieren oder Absaugen von der überstehenden Flüssigkeit trennen.

Ich werde Ihnen diesen Versuch jetzt vorführen.

Ich habe hier eine bestimmte konz. Natriumbichromatlösung und die entsprechende Menge Chlorkalium, welches ich jetzt unter Bewegung des Rührwerkes zugeben werde.

Sie sehen gleich, wie die Abscheidung des Kalisalzes beginnt, wie an Stelle des eingeschütteten weißen Chlorkaliums sich ein pfirsichblütrotes Salz in der Flüssigkeit bildet. An der überstehenden, jetzt hellgelblich gefärbten Mutterlauge, welche eine ganz andere Färbung zeigt wie die vorher im Rührgefäß befindliche dunkelrote Natriumbichromatlösung, können Sie ebenfalls erkennen, daß eine große Veränderung vorgegangen ist. Die Mutterlauge besteht nämlich jetzt aus Chlornatriumlösung, und es sind die Verhältnisse so berechnet gewesen, daß das gebildete Chlornatrium vollständig gelöst bleiben konnte.

Die gelblichrote Färbung rührt von dem in Lösung gebliebenen Teile des gebildeten Kaliumbichromates her. Nach kurzer Zeit des Umrührens ist auch das letzte Chlorkalium verschwunden, und alles Natriumbichromat in Kaliumbichromat umgewandelt.

Es ist Ihnen allen wohl bekannt, wie zäh und dickflüssig das Ricinusöl ist, wie schwer es sich durch Umrühren in Bewegung setzen läßt.

Dies empfindet man sehr bei der Darstellung von Türkischrotöl, welches man bekanntlich durch Sulfurierung von Ricinusöl gewinnt.

Wenn die Rührvorrichtung hierbei nicht vorzüglich arbeitet, und nicht eine sehr sorgfältige Mischung zwischen Öl und Säure bewirkt wird, so verbrennt ein großer Teil des Öles bei dem Prozeß, und man erhält eine schlechte Ausbeute.

Dies hat man jedoch bei diesem Rührwerke nicht zu befürchten. Das Rührwerk wirbelt das dicke Öl so intensiv und vollständig durcheinander, daß man die Säure in verhältnismäßig dickem Strahle einlaufen lassen kann, ohne befürchten zu müssen, daß sich die Temperatur unerwünscht erhöht.

Man kann bei der Fabrikation im Großen ruhig die Schwefelsäure in 1- oder 2 fingerdickem Strahle einlaufen lassen, und es ist durchaus nicht erforderlich, so vorsichtig wie bisher vorzugehen und nur einen ganz feinen Strahl einwirken zu lassen, ohne daß man befürchten muß, daß ein Verbrennen des Öles auch nur an einzelnen Stellen eintritt.

Die Wirkungsweise des Rührwerkes ist eine so starke, daß die einlaufende Schwefelsäure sofort zerstäubt wird, und nirgends ein lokales Verbrennen hervorgerufen werden kann.

Infolgedessen wird der Rührprozeß ganz erheblich abgekürzt. Während bisher auf ein Quantum von 1000 kg Ricinusöl eine Mischdauer von 10–12 Stunden erforderlich war, wird durch dieses Rührwerk der Prozeß in 3–4 Stunden zu Ende geführt.

Das sulfurisierte Öl kann nach kurzem Abstehen in demselben Apparat gewaschen werden und ergibt ein hervor-

ragendes Produkt, welches auf Türkischrotöl verarbeitet werden kann.

Bei diesem Sulfurierungsprozeß mußte man früher ca. 20 bis 25% des angewendeten Öles an Schwefelsäure verwenden, da man immer mit gewissen, durch Verbrennung entstehenden Verlusten rechnen mußte, während man mit diesem Apparat, wie durch praktische Versuche im Großen bereits festgestellt wurde, nur 15% Säure gebraucht.

Es ist bei einem solchen Versuche, bei welchem 1000 kg verarbeitet wurden, auch festgestellt worden, daß man zur Rührung bei dem Sulfurierungsprozeß 3—4 PS nötig hat.

(Dieser Versuch sollte auch vorgeführt werden und war vorbereitet, wurde aber wegen der vorgerückten Zeit unterlassen.)

Es ließe sich noch eine Reihe von Beispielen anführen, bei welchen diese Konstruktion wegen ihrer vortrefflichen Wirkung allen anderen derartigen Apparaten vorzuziehen ist, so z. B. bei der Darstellung der Weinsäure und Citronensäure zum Bilden des Calciumtartrats und Calciumcitrats und zur Zersetzung derselben mit Schwefelsäure, wo es auf ein sehr intensives Rühren ankommt. Ebenso z. B. bei der Darstellung von Schlipfeschem Salz (zur Goldschwefelfabrikation), wo das schwere Schwefelantimon mit Schwefelnatrium unter Umrühren gekocht wird. Man hat hier häufig Schwierigkeiten mit den Rührwerksvorrichtungen, Gebläse z. B. jagen das schwere Schwefelantimon nach den Seiten auseinander, wo es dann an den Rändern des Zersetzungsbottoms liegen bleibt und von Hand wieder zurückgeschoben werden muß. Auch Rührwerke mit Schleppketten lassen immer große Teile des Spießglanzes liegen, während dieses neue Rührwerk auch die schwersten Stoffe gleichmäßig umwirbelt und eine innige Vermischung mit den Flüssigkeiten bewirkt.

Hiermit ist die Aufgabe, welche ich mir gestellt hatte, erledigt, und es sollte mich freuen, wenn meine kleine Vorführung Ihr Interesse erregt hat und Ihnen Anleitung geben sollte, diesen vorzüglichen Apparat gelegentlich in Ihrem Betriebe zu verwenden. [A. 69.]

Ein neues Verfahren zur Unschädlichmachung und Wiedergewinnung von Abfallaue.

Lochnerwerke G. m. b. H., Gera-R.

(Eingeg. 9./5. 1914.)

Die Bestrebungen der Ministerien und Behörden zielen seit einigen Jahren darauf, die Fabrikwässer nicht mehr wie früher in die Gewässer oder auf Wiesen usw. abzulassen, sondern durch entsprechende Vorkehrungen direkt vollkommen zu vernichten, um die wesentliche Schädigung, welche durch die Verunreinigung der Gewässer usw. an Fischerei, Vegetation usw. entsteht, zu beseitigen. Es sind in dieser Hinsicht zahlreiche Verfügungen ergangen, die heute fast an jedem Ort die Ableitung der schädlichen Abwässer und Laugen unmöglich machen, so daß viele Firmen gezwungen sind, zu der Vernichtung ihrer Laugen überzugehen.

Hierfür wurde bisher fast überall ein Verfahren angewandt, welches durch Einbringen der Lauge in entsprechende Öfen lediglich ein Verdampfen und Unschädlichmachen bezweckte, jedoch, ohne daß eine weitere Verwendung der Produkte oder Reste in Aussicht genommen wurde. Dieses Verfahren führt hinsichtlich der Unschädlichmachung zwar zum Ziel, hat aber den Nachteil, daß es betriebstechnisch durchaus nicht modern und zweckentsprechend ist, da es einerseits teuer ist, verhältnismäßig hohe Brennstoffkosten

erfordert und infolge Unmöglichkeit der weiteren Verwendung der Verdampfungsprodukte lediglich Ausgaben, veranlaßt, denen andererseits kein Äquivalent in Form einer Weiterverwertung dieser Stoffe, welche einer Einnahme gleichkommt, gegenübersteht.

Man hat sich daher mit der Frage beschäftigt, auch diesen bisher unfruchtbaren Zweig des Fabrikationsbetriebes rentabel zu gestalten. Die Versuche der Lochnerwerke G. m. b. H. in Gera-R. haben dahin geführt, daß man diesem Ziel um einen bedeutenden Schritt näher kommt, wenn man in einem speziell konstruierten Ofen das sogenannte Verbrennen der Lauge anwendet, wodurch diese in ihren Urstoff zurückgebracht werden soll, um der weiteren Verwendung wieder zugänglich zu sein, indem man auch durch Zusetzen entsprechender Chemikalien diesen Prozeß erleichtert und beschleunigt oder möglich macht.

Einen solchen Ofen hat die genannte Firma in ihrer Versuchsanlage aufgestellt (er kann jederzeit in Betrieb besichtigt werden), als Versuchsmaterial wurde u. a. die Lauge einer Firma benutzt, welche Ätznatron, NaOH, verarbeitet, und zwar ist die Lauge verunreinigt mit Natriumcarbonat und organischen Substanzen, eine Folge des Fabrikationsganges, wodurch sie unverwendbar wird. Statt die Abfallaue nun durch Eindampfen oder Ableiten in einen Fluß zu verlieren, wird sie in dem Ofen einem Verbrennungsprozeß unterzogen behufs Entfernung der verunreinigenden Substanzen. Die Lauge wird an der der Feuerung gegenüberliegenden Seite eingelassen und dann abteilungsweise der Flamme entgegengeschaufelt, wobei die organischen Substanzen sich entzünden, durch ihre Verbrennung das Verdunsten des Laugenwassers begünstigen und die Kosten verringern, da Kohle dann nur noch in ganz geringem Maße als Brennstoff zugesetzt werden muß.

Als Produkt des Vorganges erhält man einen festen Stoff, welcher durch Behandeln mit Ätzkalk wieder zur Laugebereitung verwandt werden kann, da derselbe die entsprechenden Prozente an Natriumhydroxyd, NaOH, enthält, um sofort wieder gebrauchsfertig zu sein. Der gewünschte Reinheitsgrad läßt sich fast immer durch das erste Verbrennen erzielen, auch wenn der Gehalt an verunreinigenden Substanzen sehr hoch ist. — Man hat es auch in der Hand, willkürlich den Reinheitsgrad zu bestimmen, indem man das Produkt nach Wunsch und Bedarf den verschiedenen Fächern des Ofens in verschiedener Qualität entnimmt.

Für andere Fabrikationsmethoden kann das Endprodukt der Lauge wieder mit anderen Zusätzen behandelt werden, um den jeweiligen Urstoff wieder herzustellen.

Ähnliche Versuche zur Verwendbarmachung eines in einem See natürlich vorkommenden kristallisierten Salzes schwefelsauren Natrons, $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$, welches starke Verunreinigungen enthält, zwecks Verwandlung in Natriumsulfat wasserfreier Form haben ebenfalls ausgezeichnete Resultate ergeben; man konnte das Produkt in jeder gewünschten wasserfreien Form dem Ofen entnehmen.

Die Öfen sind derart konstruiert, daß für jedes Fach des Ofens (Überschauelfungspfanne) eine Zuführung der heißen Luft vorgesehen ist, welche sich entsprechend dem gewünschten Eindickungsgrade für jedes Fach einzeln regulieren läßt, so daß der Betriebsleiter es ganz in der Hand hat, in demselben Ofen ein Produkt verschiedener Qualität zu erzeugen.

Da sich dieses Verfahren auf sehr billigem Wege durchführen läßt und täglich eine beträchtliche Menge Abfallaue in einem Ofen entsprechender Größe auf den gewünschten Reinheitsgrad gebracht werden kann, so dürfte die erwähnte Ofenkonstruktion in weiten Kreisen der chemischen Industrie, bei Färbereien, Bleichereien, Appreturanstalten, Seidenfabriken, Spiritus-, Cellulosefabriken usw. Anklang finden. [A. 92.]