



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT  
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

(51) Int. Cl.<sup>3</sup>: C 01 B 17/88  
B 01 D 1/06  
F 28 D 7/10

**Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein**  
Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

(12) **PATENTSCHRIFT** A5

(11)

**645 320**

(21) Gesuchsnummer: 5767/79

(73) Inhaber:  
Aktiebolaget Bofors, Bofors (SE)

(22) Anmeldungsdatum: 20.06.1979

(30) Priorität(en): 21.06.1978 SE 7807069

(72) Erfinder:  
Broberg, Hans, Karlskoga (SE)  
Dourén, Lars, Karlskoga (SE)

(24) Patent erteilt: 28.09.1984

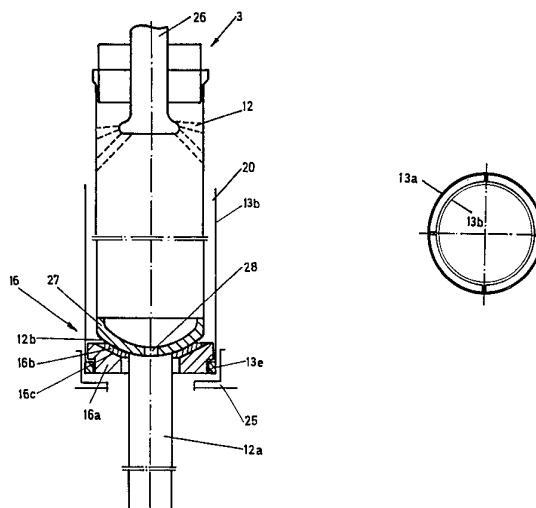
(45) Patentschrift  
veröffentlicht: 28.09.1984

(74) Vertreter:  
E. Blum & Co., Zürich

**(54) Montage-Einheit mit langem Quarzrohr zu dessen Montage in eine Vorrichtung zur Anreicherung von mineralischen Säuren.**

(57) Das Anreichern der Säure erfolgt durch Verdampfung, wobei sich das Quarzrohr (12) in einem Ofen befindet. Das Quarzrohr weist im unteren Bereich eine Schulter (27) auf, mittels der es sich auf einer Dichtung (16) abstützt. Letztere dichtet das Ofeninnere nach unten ab. Das Quarzrohr (12) ist im oberen Bereich mittels einer Halterung in Querrichtung festgelegt. Das Quarzrohr ist von einem Heizgaskanal umgeben zum Erreichen eines Wärmeaustausches zwischen dem Heizgas und dem Quarzrohr über einen wesentlichen Teil der Quarzrohrlänge oberhalb der Dichtung. Der Heizgaskanal wird durch eine doppelwandige, feuerfeste Rohreinheit (13) gebildet, mit einem Zwischenraum zwischen der inneren Wandung (13b) der Rohreinheit (13) und dem Quarzrohr (12) und mit einem Zwischenraum zwischen der inneren Wandung (13b) und der äusseren Wandung (13a) der Rohreinheit (13) über zumindest einen Teil der Länge der inneren Wandung (13b) von seinem unteren Ende aus. Der Ringraum zwischen dem Quarzrohr (12) und der inneren Wandung (13b) bildet einen radial inneren Strömungskanal für das Heizgas in der einen Strömungsrichtung. Der Ringraum zwischen der inneren und äusseren Wandung (13b, 13a) bildet einen radial äusseren Strömungskanal für das Heizgas in der entgegengesetzten Strömungsrichtung. Die beiden Strömungskanäle stehen zur Erreichung der Gasströmung mittels Löchern miteinander in Verbindung,

wobei sich diese in der inneren Wandung (13b) am unteren Ende befinden.



## PATENTANSPRÜCHE

1. Montage-Einheit mit langem Quarzrohr zu dessen Montage in eine Vorrichtung zur Anreicherung und möglichen Reinigung von mineralischen Säuren, insbesondere Schwefelsäure, dadurch gekennzeichnet, dass die Montage-Einheit über einen wesentlichen Teil ihrer Länge eine doppelwandige, feuerfeste Rohreinheit (13) aufweist, innerhalb der sich das Quarzrohr (12) befindet, wobei sich zwischen der inneren Wandung (13b) der Rohreinheit (13) und dem Quarzrohr ein Spiel befindet, dass der Raum zwischen den Wandungen der Rohreinheit einen für Heizgase bestimmten radial äusseren Strömungskanal bildet, und dass der Raum zwischen der inneren Wandung der Rohreinheit und der Mantelfläche des Quarzrohres einen ebenfalls für Heizgase dienenden radial inneren Strömungskanal bildet, dass die beiden Strömungskanäle mittels Löchern (21) miteinander in Verbindung stehen, wobei sich die Löcher (21) im unteren Bereich der Rohreinheit in der radial inneren Wandung (13b) befinden, dass die beiden Strömungskanäle für einen Gasfluss im Gegenstrom bestimmt sind, und dass das Quarzrohr mit dem grössten Teil seines Gewichtes unten über eine Schulter (12b) an Dichtungen abgestützt ist, und dass das Quarzrohr mit seinem oberen Teil mittels einer Halterung (19) in Querrichtung festgelegt ist.

2. Montage-Einheit nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Abstützschulter (12b) sphärisch ist.

3. Montage-Einheit nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass das Quarzrohr (12) zur Bildung einer grossen Abstützfläche mit einem wesentlich verjüngten Teil (12a) versehen ist, der durch die Dichtungen hindurch nach unten ragt.

4. Montage-Einheit nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass das Quarzrohr (12) im inneren Bereich des verjüngten Teiles (12a) mit einem kalottenförmigen Verstärkungselement (27) versehen ist, das an der Innenfläche des Quarzrohres befestigt ist, und mit einem im Zentrum der Kalotte liegenden Abflussloch (28) versehen ist, das in den verjüngten Teil (12a) ausmündet.

5. Montage-Einheit nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Quarzrohr (12) mittels seiner Abstützfläche (12b) in Anlage mit einer solchen Dichtung ist, die einen ersten Dichtring (16a) aus Quarz aufweist, der auf einem Flansch (13e) aufliegt, der sich von der Rohreinheit (13) radial nach innen erstreckt, und dass die Dichtung einen aus Quarzfasern bestehenden zweiten Dichtungsring (16b) aufweist, der über eine geneigte Fläche (16c) oder eine gekrümmte Fläche am ersten Dichtungsring (16a) anliegt, und dass die innere Wandung (13b) der Rohreinheit im unteren Bereich im wesentlichen unbeweglich festgelegt ist.

6. Montage-Einheit nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass sich das Quarzrohr (12) und die zugehörige Rohreinheit (13) zusammen mit anderen Quarzrohren und Rohreinheiten in einer Baukasten-Einheit befinden, und dass zumindest die radial äusseren Wandungen (13a) der Rohreinheiten (13) in der Baukasten-Einheit abgestützt sind, z.B. an ihren mittleren Bereichen mit Abstützplatten (29), die an den Mantelflächen der äusseren Wandungen (13a) anliegen.

7. Montage-Einheit nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Quarzrohr (12) und die zugehörige Rohreinheit (13) dazu bestimmt sind vertikal in einem beheizbaren Ofen zu stehen, dass die beim verjüngten Teil (12a) des Quarzrohres (12) vorhandenen Dichtungen (16) bei einem unteren Dichtungspaket dann zwischen dem Ofen und dem Quarzrohr (12) vorhanden sind, dass die oberen Bereiche des Quarzrohres und der Rohreinheit durch weitere Dichtungen (17) hindurchragen, zum Abdichten des Ofeninnern (14) gegenüber einem Auslasskanal (18), dass die Rohreinheit (13) von ihrem unteren Bereich aus bis zur Höhe des Ofeninnern (14) doppelwandig ausgebildet ist, dass das Quarzrohr (12) im oberen Bereich durch den Aus-

lasskanal (18) hindurch verläuft, und dass diejenigen Bereiche der Rohreinheit (13), die am Ofeninnern (14) vorbeiführen, mit einer aussenliegenden Flammenabschirmung (15) versehen sind.

8. Montage-Einheit nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Quarzrohr eine Länge im Bereich von 3-10 m, bevorzugterweise 5 m und einen Innendurchmesser im Bereich von 100-200 mm, bevorzugterweise etwa 125 mm hat.

9. Montage-Einheit nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Quarzrohr (12) mit Pakungen (35, 36) von gleicher oder unterschiedlicher Grösse in einer oder in mehreren unterschiedlichen Höhenlagen versehen ist, und dass das Quarzrohr (12) ein inneres Rohr und ein äusseres Rohr sowie geneigte Schikanen enthält, die dazu bestimmt sind das nach oben strömende Gas in Drehung zu versetzen.

10. Montage-Einheit nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Quarzrohr (12) aus durchsichtigem Quarz besteht.

Die Erfindung betrifft eine Montage-Einheit mit langem Quarzrohr zu dessen Montage in eine Vorrichtung zur Anreicherung und möglichen Reinigung von mineralischen Säuren, insbesondere Schwefelsäure.

Bei der Anreicherung von z.B. Schwefelsäure, ist es erwünscht, eine hohe Anreicherung und damit eine Konzentration von 96% und mehr zu erreichen. Da Schwefelsäure das Wasser stark bindet, ist für eine solch hohe Anreicherung eine Temperatur von etwa 320°C erforderlich. Da bei einer solchen Temperatur die Schwefelsäure sehr korrosiv wirkt, ist die Verwendung von Quarzrohren notwendig. Da aber Quarz keine besonders guten Eigenschaften hinsichtlich der Wärmeübertragung und mechanischer Festigkeit hat, müssen besondere Vorkehrungen durch entsprechende Gestaltung der Vorrichtung selbst getroffen werden.

Es wird die Schaffung einer Montage-Einheit bezweckt, mit der die vorerwähnten Probleme gelöst werden können. Es wird hierzu eine Montage-Einheit vorgeschlagen, die erfindungsgemäss dadurch gekennzeichnet ist, dass sie über einen wesentlichen Teil ihrer Länge eine doppelwandige, feuerfeste Rohreinheit aufweist, innerhalb der sich das Quarzrohr befindet, wobei sich zwischen der inneren Wandung der Rohreinheit und dem Quarzrohr ein Spiel befindet, dass der Raum zwischen den Wandungen der Rohreinheit einen für Heizgas bestimmten radial äusseren Strömungskanal bildet, und dass der Raum zwischen der inneren Wandung der Rohreinheit und der Mantelfläche des Quarzrohres einen ebenfalls für Heizgas dienenden radial inneren Strömungskanal bildet, dass die beiden Strömungskanäle mittels Löchern miteinander in Verbindung stehen, wobei sich die Löcher im unteren Bereich der Rohreinheit in der radial inneren Wandung befinden, dass die beiden Strömungskanäle für einen Gasfluss im Gegenstrom bestimmt sind, und dass das Quarzrohr mit dem grössten Teil seines Gewichtes unten über eine Schulter an Dichtungen abgestützt ist, und dass das Quarzrohr mit seinem oberen Teil mittels einer Halterung in Querrichtung festgelegt ist.

Durch die vorerwähnte Ausbildung der Montage-Einheit kann eine gleichmässige Erwärmung der betroffenen Bauteile erreicht werden, so dass ein Werfen oder Biegen der verwendeten Quarzrohre durch ungleichmässige thermische Belastungen vermieden werden kann. Da der Anreicherungsprozess mit der vorerwähnten hohen Temperatur stattfindet, können gleichzeitig in der Säure vorhandene organische Verunreinigungen ohne Rückstand abgebaut werden, insbesondere dann, wenn ein geeignetes Oxidationsmittel, wie z.B. Salpetersäure beigegeben wird.

Durch eine weitere Ausgestaltung der erfindungsgemässen Montage-Einheit können auch die bei der Verdampfungstech-

nik auftretenden Probleme gelöst werden. Es kann weiterhin eine Vorrichtung zur Anreicherung von z.B. Schwefelsäure erreicht werden, die hinsichtlich des Durchsatzes sehr anpassungsfähig ist, die auch gleichzeitig hinsichtlich der Arbeitsweise und der Umweltbelastung vorteilhaft arbeitet. Weiterhin kann die Vorrichtung hinsichtlich unterschiedlicher Zusammensetzung der anzureichernden Säure angepasst werden, so dass mit der Vorrichtung niedrige und hohe Anreicherungen durchgeführt werden können.

In der Zeichnung ist ein Ausführungsbeispiel des Erfindungsgegenstandes dargestellt. Es zeigen:

Fig. 1 eine schematische Ansicht einer Anreicherungsanordnung, die in einer nicht näher dargestellten Anlage zum Aufbereiten von Rückstandssäure dient,

Fig. 2a und 2b Vertikalschnitte durch die Vorrichtung nach Fig. 1, wobei die Schnitte um 90° zueinander versetzt liegen,

Fig. 3 in schematischer Darstellung einen Vertikalschnitt durch ein Quarzrohr, wie es aus den Fig. 2a und 2b ersichtlich ist,

Fig. 4a eine Seitenansicht einer für das Quarzrohr nach Fig. 3 bestimmten Rohreinheit,

Fig. 4b-4d in vergrößerter Darstellung verschiedene Teile der in Fig. 4a dargestellten Rohreinheit,

Fig. 5 einen Schnitt nach der Linie A-A in Fig. 2a, wobei mehrere Tragplatten für mehrere Quarzrohre und Rohreinheiten nach den Fig. 3 und 4a gezeigt sind,

Fig. 6a in schematischer Darstellung einen Horizontalschnitt durch die Rohreinheit nach Fig. 4a, mit einer Dichtung zwischen einem Auslasskanal und der Rohreinheit,

Fig. 6b einen Vertikalschnitt durch die Rohreinheit, nach der Linie B in Fig. 6a,

Fig. 6c einen Vertikalschnitt durch die Rohreinheit, nach der Linie C in Fig. 6a,

Fig. 7a und 7b in schaubildlicher Darstellung und in einem vertikalen Schnitt Ausführungsbeispiele von Packungen, die in der Anreicherungsanordnung verwendet werden, und

Fig. 8 in schematischer Darstellung einen Vertikalschnitt durch eine weitere Ausführungsform des Quarzrohres, die als Alternative für ein Quarzrohr verwendet werden kann, das mit den vorerwähnten Packungen nach den Fig. 7a und 7b versehen ist.

Die im folgenden beschriebene Vorrichtung dient in erster Linie zur Anreicherung von Schwefelsäure, wobei in einem gewissen Ausmass die sogenannte Verdampfungstechnik angewandt wird. Dies bringt es mit sich, dass die Schwefelsäure, aus der Salpetersäure entfernt werden soll, dazu gebracht wird, entlang der Innenseite eines Quarzrohres zu laufen, wobei dieses Quarzrohr von der Aussenseite her mittels Heizgasen beheizt wird, wofür z.B. die Verbrennungsgase eines Ölbrenners dienen. Hierbei wird der in der Schwefelsäure enthaltene Wassergehalt verdampft. Um eine hohe Anreicherung der Schwefelsäure zu erreichen, sind Temperaturen bis zu etwa 320°C erforderlich. Diese Temperaturen sind ausreichend hoch, so dass vorhandene organische Verunreinigungen ohne Rückstand abgebaut werden, zumindest dann, wenn ein geeignetes Oxidationsmittel, z.B. Salpetersäure zugegeben wird. Hieraus ergibt sich, dass die Vorrichtung auch zur Reinigung von mineralischer Säure dient. Die Anreicherungsanordnung dient in erster Linie zum Aufbereiten von Schwefelsäure bei z.B. Nitrierverfahren (zum Härten), wobei die Schwefelsäure hauptsächlich durch bedeutende Mengen an organischen Substanzen verunreinigt ist.

Aus Fig. 1 ist die Anreicherungsanordnung 1 ersichtlich, die einen Sammelbehälter 2 oder Behälter für die in der Vorrichtung angereicherte Säure enthält. Die Säure, die angereichert werden soll, wird über die Leitungen 3 und 4 zugeführt. Die Anreicherungsanordnung hat einen Ofen, der mittels den Verbrennungsgasen beheizt werden kann, die bei einem Ölbrenner

5 erzeugt werden. Diesem Ölbrenner 5 wird das Heizöl und die Luft über Leitungen 6 zugeführt. Der Ofen steht mit einem Sauggebläse 7 in Verbindung, wobei dieses Gebläse z.B. einen Durchsatz von 13 000 m<sup>3</sup>/h hat. Die Anlage hat eine Rückflussleitung 8 für Teile der Verbrennungsgase, die zum Verbrennungsraum des Ofens zurückgeführt werden, um die Möglichkeit zu schaffen, eine konstante Temperatur der heissen Verbrennungsgase aufrecht zu halten. Über das Sauggebläse 7 werden auch die Verbrennungsgase über eine Verbindungsleitung 9 zu einem Luftumwälzer gefördert. Dieser Luftumwälzer dient für die Luftströmung zum Brenner 5. Die angereicherte Schwefelsäure wird über eine Auslassleitung 10 vom Sammelbehälter 2 weggeleitet. Kaltes HNO<sub>3</sub> wird über eine Leitung 11 zugegeben. Es ist noch eine Ausgleichsleitung 11a vorhanden.

15 Aus den Fig. 2a und 2b ist ersichtlich, dass die Vorrichtung 1 mit mehreren, auch aus Fig. 3 ersichtlichen, langen Quarzrohren 12 bestückt ist, von denen jedes Quarzrohr in einer Rohreinheit 13 untergebracht ist, wie im folgenden detailliert beschrieben ist. Die Rohreinheit 13 ist auch aus Fig. 4a ersichtlich. Beim Ausführungsbeispiel hat jedes Quarzrohr eine Länge von etwa 5 m, wobei aber die Länge des Quarzrohres grundsätzlich zwischen 3 und 10 m variieren kann. Der innere Durchmesser von jedem Quarzrohr 12 ist etwa 125 mm, wobei dieser innere Durchmesser im Bereich von 100 bis 200 mm liegen kann. Die Quarzrohre 12 sind von einer solchen Qualität (z.B. durchsichtig), die eine vergleichsweise gute Wärmeübertragung und mechanische Festigkeit ergibt. Die Wanddicke des Quarzrohres liegt im Bereich von 4 bis 12 mm und ein Gewicht von z.B. 6 bis 7 kg.

30 Die Rohreinheit 13 besteht aus einem feuerfesten Stahl. Aus Fig. 4 ist ersichtlich, dass die Rohreinheit 13 über einen wesentlichen Teil ihres Längenverlaufs doppelwandig ausgebildet ist. Mit dem Ausdruck «doppelwandige Rohreinheit» wird im vorliegenden Fall gemeint, dass die Einheit aus zwei Rohren 13a und 13b besteht, wobei das eine Rohr das andere Rohr radial umgibt, und wobei die beiden Rohre einzeln gehalten und voneinander im Abstand stehen. Der Ausdruck «doppelwandig» wird aber auch in dem Fall verwendet, wenn die beiden coaxial ineinander liegenden Rohre miteinander verbunden sind. Die erwähnte Rohreinheit 13 ist etwas kürzer als die zugehörigen Quarzrohre, wobei im vorliegenden Beispiel die Rohreinheit eine Länge von etwa 4,2 m hat. Die Rohreinheit 13 ist von ihrem unteren Bereich aus nach oben bis zu 25% bis 70% ihrer Höhe doppelwandig ausgebildet. Zwischen den beiden Wandungen, d.h., zwischen den beiden Rohren 13a und 13b liegt der Zwischenraum 13c.

Aus den Fig. 2a und 2b ist weiterhin ersichtlich, dass der Ofen einen Brennraum 14 hat, in dem das eingespritzte Heizöl mit Luft vermischt wird und verbrennt. Die hierbei entstehenden Heizgase werden so im Ofen geleitet, dass sie vor die Flammenfront gelangen. Die Quarzrohre und die aus Stahl bestehenden feuerfesten Rohre 13 erstrecken sich abschnittsweise entlang des Brennraumes 14, wobei die Rohre 13 auf der Aussenseite mit einem Flammenschutz 15, das als Schutzschild ausgebildet ist, versehen sind. Die Quarzrohre 12 erstrecken sich mit ihrer unteren Partie abgedichtet durch den unteren Teil des Ofens nach unten in den Sammelbehälter 2. Die mit 16 bezeichneten Abdichtungen werden im folgenden detaillierter beschrieben. Die Rohre 13 sind innerhalb des Ofens im wesentlichen fest, d.h., unbeweglich angeordnet. An ihren oberen Enden ragen sowohl die Quarzrohre als auch die zugehörigen Rohre 13 durch weitere Dichtungen 17, durch welche Dichtung der Brennraum 14 des Ofens von einem Auslasskanal 18 getrennt wird, wobei der Auslasskanal 18 mit dem eingangs genannten Gasgebläse 7 in Verbindung steht. Die Quarzrohre 12 erstrecken sich ebenfalls vollständig durch den Auslasskanal 18 hindurch nach oben und durch eine Halterung 19, durch die in erster Linie die Quarzrohre 12 in Querrichtung fixiert werden,

welche Halterung 19 aber auch als Abdichtung zwischen dem Auslasskanal 18 und der Atmosphäre dient. Aus dem gezeigten Beispiel ist ersichtlich, dass die Rohre 13 an der Stelle 29 durch Halteplatten gehalten werden, wobei im folgenden erläutert wird, wie die Halteplatten mit den äusseren Mantelflächen der Rohre 13 zusammenwirken. Es sind aber auch Ausführungsformen denkbar, bei denen auf die vorerwähnten Halteplatten vollständig verzichtet wird.

Die Doppelwandigkeit des Rohres 13 erstreckt sich im wesentlichen bis zur Höhe der Bodenebene 14a des Brennraumes 14, wodurch sich ergibt, dass der vorerwähnte Zwischenraum 13c in direkter Verbindung mit dem Verbrennungsraum steht. Aus Fig. 2a ist ersichtlich, dass das Quarzrohr 12 mit radialem Spiel innerhalb des Rohres 13 liegt. Dieses radiale Spiel 20 in Fig. 2a liegt zwischen dem Quarzrohr 12 und der inneren Wandung 13b des Rohres 13. Der Raum zwischen der inneren Wandung 13b in Fig. 4b und der Mantelfläche des Quarzrohres 12 steht über Verbindungslöcher 21, die sich in der inneren Wandung 13b des Rohres 13 befinden, mit dem Raum in Verbindung, der zwischen den beiden Wandungen 13a und 13b liegt, wobei sich die Verbindungslöcher 21 im unteren Bereich des Rohres 13 befinden. Diese Verbindungslöcher 21 sind aus den Fig. 4a und 4d ersichtlich. Es sind acht Lochreihen vorhanden, wobei jede Lochreihe zwölf Löcher 21 hat.

Befindet sich das Quarzrohr 12 innerhalb des Rohres 13, so kann der Zwischenraum 13c zwischen den Wandungen 13a und 13b des Rohres 13 als radial äusserer Strömungskanal für die erwähnten Verbrennungsgase dienen, und der Raum zwischen dem Quarzrohr 12 und der inneren Wandung 13b des Rohres 13 kann als radial innerer Strömungskanal für dieselben Verbrennungsgase dienen, wobei die beiden radial äusseren und inneren Strömungskanäle über die Verbindungslöcher 21 miteinander verbunden sind. Die radial äusseren und inneren Strömungskanäle verlaufen parallel zum Quarzrohr 12 und umgeben dieses. Da der radial innere Strömungskanal im Auslasskanal 18 ausmündet, hat das Sauggebläse 7 für die erwähnten Verbrennungsgase zur Folge, dass eine Wärmeübertragung durch Konvektion durch die Heizgase erreicht wird, wobei die Heizgase im Brennraum erhitzt werden und durch Saugkraft nach unten in den radial äusseren Strömungskanal gesaugt werden, dann durch die Verbindungslöcher 21 strömen, in den radial inneren Strömungskanal gelangen und hier nach oben strömen und von hier in den Auslasskanal 18 gelangen. Im ersten und zweiten Strömungskanal wird also Wärmeübergang im Gegenstromverfahren erzielt, so dass durch den hierbei vorliegenden Wärmetauscher eine Wärmeübertragung auf das Innere des Quarzrohres 12 durch Konvektion stattfindet. Es findet aber auch eine Wärmeübertragung durch Wärmestrahlung mittels der erwähnten Teile des haltenden Rohres statt. Das Sauggebläse 7 und die Strömungskanäle sind so ausgelegt, dass eine Strömungsgeschwindigkeit der Verbrennungsgase im Bereich von 20 bis 50 m/Sek. erreicht wird. Der Gasfluss wird bei seinem Durchgang durch die Strömungskanäle allmählich abgekühlt, so dass die Wärmeübertragung durch Konvektion auf das Quarzrohr allmählich abnimmt. Es bleibt aber noch die Wärmeübertragung durch Wärmestrahlung. Bei der Wärmestrahlung gibt die radial äussere Wandung 13a des Rohres 13 eine Wärmestrahlung ab zur radial inneren Wandung 13b, und dieses hat wiederum zur Folge, dass die Wandung 13b eine Wärmestrahlung zum innenliegenden Quarzrohr 12 abgibt. Die Summe an Wärmeübertragung durch Konvektion (Wärmeübergang) und Wärmestrahlung ist über einen grossen Teil der Länge des Quarzrohres mehr oder weniger konstant, so dass hierdurch eine sehr gleichmässige Beheizung des Quarzrohres erreicht wird.

Auch die Beheizung der im wesentlichen unbeweglich gehaltenen Rohre 13 findet gleichmässig statt, so dass sich hierdurch der Vorteil ergibt, dass sich die Wandungen 13a und 13b nicht

werfen, also verformen, so dass sie hierdurch nicht nachteilig auf das innenliegende Quarzrohr einwirken, welches auf mechanische Beanspruchungen empfindlich ist.

Das Quarzrohr 12 ist mittels der erwähnten Dichtungen 16 und der Halterung 19 mittig innerhalb des Rohres 13 gehalten. Das Quarzrohr 12 stützt sich mit dem Hauptteil seines Gewichtes auf einem Sitz ab, der sich nach aussen erstreckt und in Verbindung mit der Dichtung steht, so dass eine gewisse sphärische Lagerung an der jeweiligen Abstützstelle entsteht.

Um eine noch bessere Verteilung der Wärme und Wärmeübertragung auf die Quarzrohre 12 und die Stahlrohre 13 zu erreichen, wird der Raum 13c, d.h., der radial äussere Strömungskanal zwischen den Wandungen 13a und 13b mit Leitschaukeln 22 versehen, so dass eine starke Turbulenz in den Heizgasen erzielt wird, die durch diesen radial äusseren Strömungskanal strömen (Fig. 4b). Beim dargestellten Beispiel ist ersichtlich, dass die Leitschaukeln 22 in zwei verschiedenen Höhenlagen 23 und 24 am Rohr 13 vorhanden sind (Fig. 4a). In jeder Höhenlage 23 oder 24 wirken vier Leitschaukeln 22 zur Turbulenzerzeugung zusammen. Jede Leitschaukel 22 ist etwas aus ihrer Ebene herausgekrümmt und erstreckt sich etwa über einen Winkel von 45° in einer Querschnittsebene durch das haltende Rohr beim jeweiligen Ende der Leitschaukel. Jede Leitschaukel erstreckt sich über einen Viertel des Umfangs vom Raum 13c und ist entlang einer ihrer Längsseiten an der Wandung 13a befestigt. Die Leitschaukel 22 erstreckt sich nicht über den gesamten Raum 13c, sondern nur über einen Bereich von 80-95% von diesem. In einem bestimmten Ausmass dienen die Leitschaukeln 22 auch als Versteifung, Verstrebung für die Wandungen 13a und 13b des Rohres 13.

Aus den Fig. 2a, 3 und 4a ist ersichtlich, dass jedes Rohr 13 im unteren Bereich mittels eines hervorstehenden Teiles 13d der inneren Wandung vom Rohr an einer feuerfesten Gusseisenplatte 25 gehalten wird.

Die Einlässe 3 und 4, durch die die Säure in die Vorrichtung eingebracht wird, sind mit Sprühorganen 26 versehen, mittels denen die Säure auf die innere Wandfläche des jeweiligen Quarzrohres gesprüht wird, so dass die Säure dann entlang dieser inneren Wandfläche nach unten fliesst.

Aus Fig. 3 ist ersichtlich, dass die Dichtung 16 einen ersten Dichtungsring 16a aufweist, der aus Quarz oder ähnlichem ist. Dieser erste Dichtungsring 16a liegt auf einem Flansch 13e, der im Inneren des Rohres 13 liegt. Auf dem ersten Dichtungsring 16a liegt ein zweiter Dichtungsring 16b, der z.B. aus Quarzfaser besteht. Der Ring 16b liegt über eine geneigte Fläche 16c am ersten Dichtungsring 16a an. Das Quarzrohr 12 hat am Boden einen wesentlich verjüngten Teil 12a, zum Ausbilden einer sphärischen Abstützfläche 12b. Am verjüngten Teil 12a schliesst sich ein bogenförmiges Verstärkungselement 27 an, das innerhalb des Quarzrohres 12 liegt und an der Innenwand des Quarzrohres befestigt ist. Dieses Verstärkungselement 27 weist im Zentrum ein Auslassloch 28 auf, das nach unten in den verjüngten Teil 12a führt.

Dieser verjüngte Teil 12a erstreckt sich nach unten in den Sammelbehälter 2, und zwar in einem Bereich zwischen 30 und 60% der Höhe des Tanks 2, wobei bei einem Mass von 40% die Höhe des Tanks 2 dann im Bereich zwischen 10 und 20%, bevorzugterweise 15% der Länge des Quarzrohres 12 beträgt.

Aus Fig. 2a sind die Begrenzungswände 1a, 1b und 1c des Ofens ersichtlich. Aus Fig. 5 sind die Quarzrohre 12 mit ihren Umgebungsrohren 13 ersichtlich, wie sie von Abstützplatten 29 so umgeben werden, dass jeweils eine Baukasten-Einheit gehalten wird. Für jede Baukasten-Einheit sind vier Halteplatten 29 vorhanden, so dass jede Baukasten-Einheit von vier, ein Rechteck einschliessenden Halteplatten 29 umgeben ist. Die Halteplatten 29 liegen aussen an den Rohren 13 an, wobei die Rohre 13 wiederum aneinander anliegen, so dass eine Rohrpackung gebildet wird. Im Falle, dass zwei voneinander getrennte Rohre

beim doppelwandigen Rohr 13 vorhanden sind, können die radial äusseren Rohre oder die radial äusseren Wandungen 13a mittels Schrauben 29a an den Halteplatten 29 befestigt werden.

Aus den Fig. 6a, 6b und 6c ist die detaillierte Darstellung der in Fig. 2a gezeigten Dichtungen 17 ersichtlich. Die Dichtungen 17 sind zwischen zwei aus einem wärmebeständigen Material bestehenden Platten 30 und 31 eingesetzt, die mit Ausnehmungen versehen sind. Die vorliegende Wärmedichtung hat einen keramischen Ring 32, unter dem sich eine Dichtplatte 33 befindet (Trito Board). Die Dichtungen werden mittels zweier Schienen 34 getragen, die sich über den jeweiligen Raum im Ofen erstrecken. Es ist für die jeweilige Dichtung wesentlich, dass sie die Rohre 13 in Querrichtung abstützen, während sie gleichzeitig zumindest eine bestimmte Längsverschiebung der Rohre 13 in ihrer Längsrichtung zulassen.

Die Abdichtungen im oberen und unteren Bereich des Ofens können durch Platten 19 bzw. 25 gebildet werden, z.B. aus Gusseisen, in welchen Platten dann Bohrungen gefertigt werden, damit das jeweilige Quarzrohr 12 in einer solchen Bohrung axial verschoben werden kann. Auf der Oberseite z.B. der Platte 19 kann ein poröses, säurefestes Material, wie z.B. Quarzwolle 19a aufgebracht werden. Auf dieses poröse, säurefeste Material kann dann wiederum ein säurefestes Material aufgelegt werden, so dass sich dichte Schichten 19b, 19c ergeben. Es kann hierzu noch keramisches Material und Quarzsand mit einer geeigneten Korngrössenverteilung hinzukommen. Auf die Oberseite der Gusseisenplatte 25 wird eine mit Flanschen versehene Platte 37 aufgelegt, die über Isolationsmaterial mit der Platte 25 in Anlage steht. Der Tank 2 ist in entsprechender Weise gegen die Unterseite der Platte 25 abgedichtet. Die Teile 25, 37 und 2 werden durch Bolzen zusammengehalten.

Um eine noch bessere Wärmeübertragung auf die dem Quarzrohr 12 zugeführte Säure zu erreichen, wird bei einem ersten Ausführungsbeispiel die Verwendung von an sich bekannten Packungen vorgeschlagen, die in die Quarzrohre eingesetzt werden. Diese Packungen ergeben grössere Gesamtfläche und damit eine bessere Rektifikation. Hierbei kann die Temperatur im oberen Bereich der Rohre 13 niedriger gehalten werden, was für die Haltbarkeit der im oberen Bereich des Ofens verwendeten Dichtungen von Wichtigkeit ist.

Mit der Verwendung von kleinen Packungen wird jedoch das Risiko eines Überlaufens der im Rohr nach unten fliessenden Flüssigkeit erhöht, da in diesem Fall die Flüssigkeit durch den nach obengehenden Gasfluss getragen und ein Stau der Flüssigkeit eintritt. Hierdurch können Flüssigkeitswellen entstehen, die ein irreguläres Verdampfen zur Folge haben. Eine Voraussetzung für das Überlaufen ist jedoch eine hohe Gasgeschwindigkeit. Am Boden des jeweiligen Quarzrohres ist die Gasgeschwindigkeit nahezu Null und steigt bezüglich der zugeführten Wärme bis zu einem Maximum am oberen Ende des Quarzrohres an.

Mit den Verhältnissen, die am oberen Ende des Rohres 13 zwischen der Flüssigkeit und dem Gas herrschen, beträgt die Strömungsgeschwindigkeit, d.h., die Gasgeschwindigkeit, bei der das erwähnte Überlaufen eintreten kann, 2,5-3,0 m/Sek., wenn 25 mm Packungen verwendet werden, wenn 40 mm Packungen verwendet werden, beträgt die Gasgeschwindigkeit 3-4 m/Sek., und wenn 50 mm Packungen verwendet werden, beträgt die Gasgeschwindigkeit 4-5 m/Sek.

Im vorliegenden Fall wurde die Gasgeschwindigkeit so bemessen, dass sie am oberen Ende des Rohres 13 etwa 2,5 m/Sek. betrug. Für eine vollständige Verdampfung der in die Vorrichtung eingebrachten Flüssigkeit kann die Gasgeschwindigkeit jedoch auf das Zweifache der vorerwähnten Geschwindigkeit anwachsen. Eine vollständige Verdampfung tritt jedoch nur in Ausnahmefällen ein.

Im Falle, dass in der vorerwähnten Weise das Quarzrohr vollständig mit Packungen versehen wird, sollten die Packun-

gen am oberen Ende einen Durchmesser von nicht weniger als 40 mm haben. Bis zu der halben Höhe des Quarzrohres können Packungen mit einem Durchmesser von 25 mm verwendet werden.

In manchen Fällen ist es auch möglich, die Höhe einer Packungslage zu begrenzen, so dass auf der Oberseite der Packungslage eine maximale Gasgeschwindigkeit von 1,5-2,0 m/Sek. erreicht wird. Die Flüssigkeit wird dann mit Hilfe der Sprüheinrichtung 26 im oberen Bereich des Quarzrohres gegen seine Innenwand gesprüht. Aus der entlang der Innenwand des Quarzrohres nach unten fliessenden Flüssigkeit wird das Wasser entfernt. Wenn die Flüssigkeit auf die Packungslage trifft, beträgt die Gasgeschwindigkeit etwa 1,5-2,0 m/Sek., so dass die Flüssigkeit teilweise über die Packungslage verspritzt wird. Hierbei ist also die Gasgeschwindigkeit so angepasst, dass ein gutes Versprühen, aber kein Überlaufen eintritt.

In den Fig. 7a und 7b sind zwei verschiedene Ausführungsformen von Packungen 35 und 36 dargestellt.

Die Packungen bestehen aus Stücken von Quarzrohren, z.B. aus Stücken von durchsichtigen Glasrohren, welche im folgenden in drei verschiedenen Grössen erläutert werden sollen, nämlich kleine Grössen, mittlere Grössen und grosse Grössen. Unter kleinen Grössen der Packungen ist zu verstehen, dass ihre Abmessung im Bereich zwischen 1/20 und 1/8, bevorzugterweise 1/10 vom inneren Durchmesser des jeweiligen Quarzrohres liegt. Unter Packungen mittlerer Grösse werden Stücke aus Quarzrohren verstanden, deren grösste Abmessung im Bereich zwischen 1/8 und 1/5, bevorzugterweise 1/6 vom inneren Durchmesser des jeweiligen Quarzrohres liegt. Unter grossen Packungen werden Stücke von Quarzrohren verstanden, deren grösste Abmessung im Bereich zwischen 1/4 und 1/2, bevorzugterweise 1/3 vom inneren Durchmesser des jeweiligen Quarzrohres liegt. Die Quarzrohrstücke haben im wesentlichen den gleichen Durchmesser und Länge und können die in Fig. 7a gezeigte Form 35 haben.

Beim Ausführungsbeispiel nach Fig. 7b besteht die Packung aus einem kalottenförmigen Teil, insbesondere aus Quarz, der mit zumindest einem Loch an der höchsten Stelle des Domes oder in der nächsten Umgebung davon versehen ist. Dieser Körper 36 wird mit seiner grossen Oberfläche von oben nach unten in das Quarzrohr 12 eingesetzt. Wenn mehrere solcher Körper 36 in einem Quarzrohr untergebracht werden sollen, so werden die Körper 36 im Abstand von 100-500 mm, bevorzugterweise von etwa 250 mm voneinander angeordnet.

Beim Anreichern von Schwefelsäure, die verschiedene Metallsalze enthalten kann, können bei der Verwendung von Packungen, diese beschichtet werden. Dies kann zur Folge haben, dass die Packungen aneinander und/oder am Quarzrohr anpacken. In den Fällen, wo dieses Problem auftreten kann, kann als Alternative zu diesen Packungen ein an sich bekanntes Quarzrohr verwendet werden, wie es aus Fig. 8 ersichtlich ist. Im prinzipiellen Aufbau besteht dieses Quarzrohr aus einem äusseren Rohr 36 und einem inneren Rohr 37, wobei die Innenräume der Rohre 36 und 37 mittels Verbindungslöcher 38 miteinander in Verbindung stehen. Am inneren Rohr sind in verschiedenen Höhenlagen geneigte Platten angebracht, durch die den im Quarzrohr nach oben steigenden Gasen Drehbewegungen verliehen werden. Der aufsteigende Gasstrom trägt Flüssigkeitströpfchen mit sich, so dass die innere Wandfläche des Quarzrohres, das ist die innere Wandfläche des äusseren Rohres 36, gleichmässig feucht gehalten wird. Die Wirkungsweise ist abhängig von der Drehgeschwindigkeit des Gasstromes, wobei diese durch Wahl des Durchmessers vom inneren Rohr 37 sowie durch den Neigungswinkel der erwähnten Platten im Verhältnis zur Querschnittsfläche des Quarzrohres angepasst werden. Bei einem Steigungswinkel von z.B. 30° und einem Durchmesser von 50 mm für das innere Rohr 37, beträgt die vertikale Gasgeschwindigkeit etwa 0,8 m/Sek. bei einem Höhnenniveau des

Rohres von einem Meter, bei der Verwendung eines Quarzrohres  $140 \times 4$ , wenn eine Wassermenge von 64 kg/h verdampft wird bei  $250^\circ\text{C}$ . Die jeweilige Kurve geht geradlinig nach oben bis zu einem Höhenniveau von 3 m, wo dann die Gasgeschwindigkeit etwa 2,5 m/Sek. beträgt. Die Kurve ist dann beim letzten erwähnten Höhenniveau unterbrochen, und bei einem Höhenniveau von 5 m beträgt die Gasgeschwindigkeit etwa 3,6 m/Sek. Im oberen Bereich ist das innere Rohr 37 mit Anhebezapfen 40 und einer Traghülse 41 versehen.

Die Vorrichtung zum Anreichern von z.B. Schwefelsäure, wird so ausgebildet, dass die Quarzrohre auf einfache Weise erkannt und ausgewählt werden können, nämlich zwischen Quarzrohren mit Packungen und Quarzrohren für eine innere Drehbewegung der aufsteigenden Gase.

Beim Ofen, der beheizt werden kann und beim an den Ofen angeschlossenen Sammel-tank für die angereicherte Säure ist einerseits der für das Heizmittel (Verbrennungsgase) bestimmte Raum und andererseits die Räume über und/oder unter den jeweiligen Dichtungen mit einer nicht dargestellten Druck-Reguliereinrichtung verbunden, mittels der erreicht wird, dass der Druck im für das Verbrennungsgas dienenden Raum, wobei das Verbrennungsgas zum Beheizen dient, etwas höher ist als der Druck in den anderen Räumen. Diese erwähnte Druckregulierung kann erreicht werden, wenn der Abfluss der Strömungsgase aus der Anlage reguliert wird, sie kann aber auch erreicht werden, indem man das Absaugen aus dem Sammel-tank 2 reguliert. Der Abfluss der Verbrennungsgase wird mit einem nicht dargestellten Durchflussmesser reguliert, so dass im Verbrennungsraum ein Druck erreicht wird, der nahe beim Atmosphärendruck liegt. Das Absaugen von Säuredämpfen aus dem Sammel-tank 2 wird mit Hilfe eines Gebläses erreicht, so dass im Sammel-tank ein Vakuum erzielt wird. Der erläuterte Aufbau der Vorrichtung funktioniert auch dann gut, sogar wenn die Dichtungen 16 einmal nicht ganz zufriedenstellend arbeiten sollten, da die dann in den Sammel-tank 2 eintretenden Verbren-

nungsgase aus diesem Sammel-tank abgesaugt werden. Im letztgenannten Fall verhindert der erwähnte Druckunterschied, dass Säuredämpfe in den vom Verbrennungsgas eingenommenen Raum eintreten und hierbei eine Schädigung durch Korrosion hervorrufen könnten.

Wenn die Vorrichtung in Betrieb gesetzt wird, so sollte das Beheizen langsam stattfinden, damit ein Temperaturschock vermieden wird, der zu thermisch hervorgerufenen Brüchen führen kann. Im Verbrennungsraum herrscht eine Arbeitstemperatur von etwa  $900^\circ\text{C}$ , wogegen im Auslasskanal 18 eine Temperatur von etwa  $500^\circ\text{C}$  herrscht.

Beim Anreichern von Säuren, die stark von Metallsalzen verunreinigt sind, sollte die Anreicherung nicht soweit getrieben werden, dass sich die Metallsalze an den Quarzrohren niederschlagen. Die letzte Anreicherungsphase kann dann im Sammel-tank 2 durchgeführt werden, indem diesem Sammel-tank 2 Wärme zugeführt wird. Für diese letzte Anreicherungsphase ist nur ein geringer Anteil der gesamten Wärmemenge erforderlich. Dies soll beim folgenden Beispiel erläutert werden, wobei 50%ige Schwefelsäure dem Quarzrohr zugeführt wird, wobei dann diese Schwefelsäure im Quarzrohr auf 90% angereichert wird, worauf dann in der letzten Anreicherungsphase im Sammel-tank eine Anreicherung auf 95% erfolgt. Für die Anreicherung von 1000 kg 50%iger  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ( $60^\circ\text{C}$ ) auf 90%ige Schwefelsäure ist eine Wärmemenge von etwa  $350\,000\text{ kcal} = 1,46 \cdot 10^6\text{ kJ}$  erforderlich. Für eine weitere Anreicherung auf 95% ist eine Wärmemenge von  $35\,000\text{ kcal} = 1,5 \cdot 10^5\text{ kJ}$  erforderlich. Die letztgenannte Wärmemenge kann z.B. durch eine elektrische Heizung mittels eines Wärmemantels 2a am Boden des Sammel-tanks diesem zugeführt werden (Fig. 2a). Um einen Niederschlag der Salze im Sammel-tank zu verhindern, wird dieser an einen Kühler angeschlossen, über den die Säure abgeleitet wird. In diesem Fall ist der Sammel-tank auch mit einer Leitung zum Wegführen von Verbrennungsgasen zur oberen Seite des Ofens versehen.

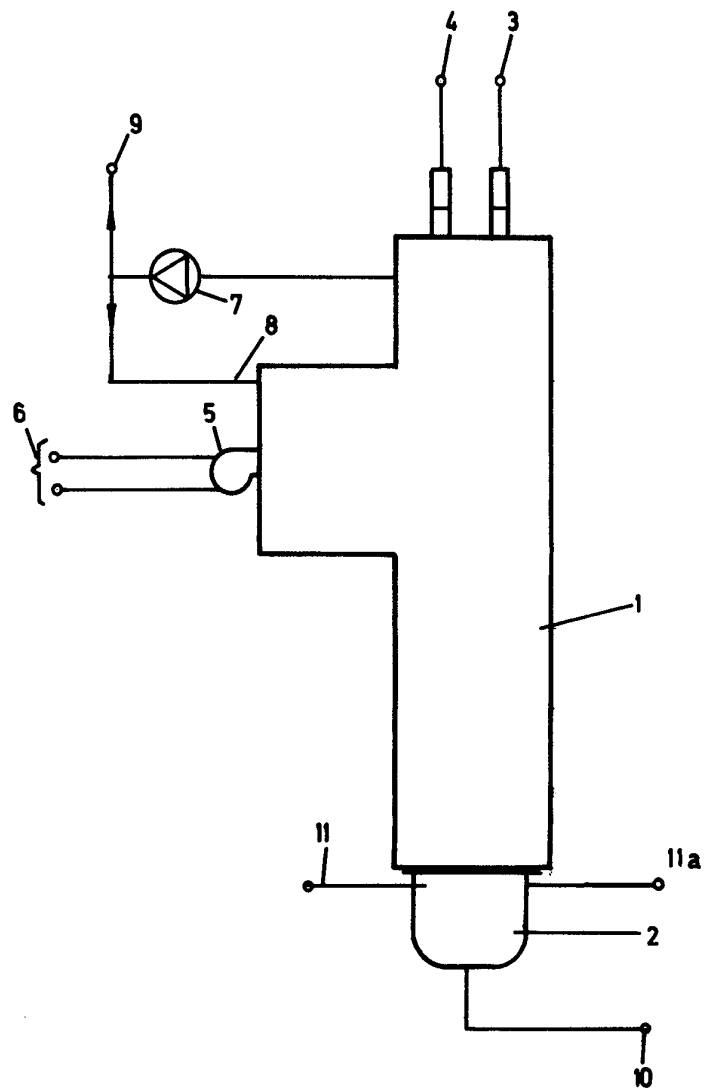


Fig.1

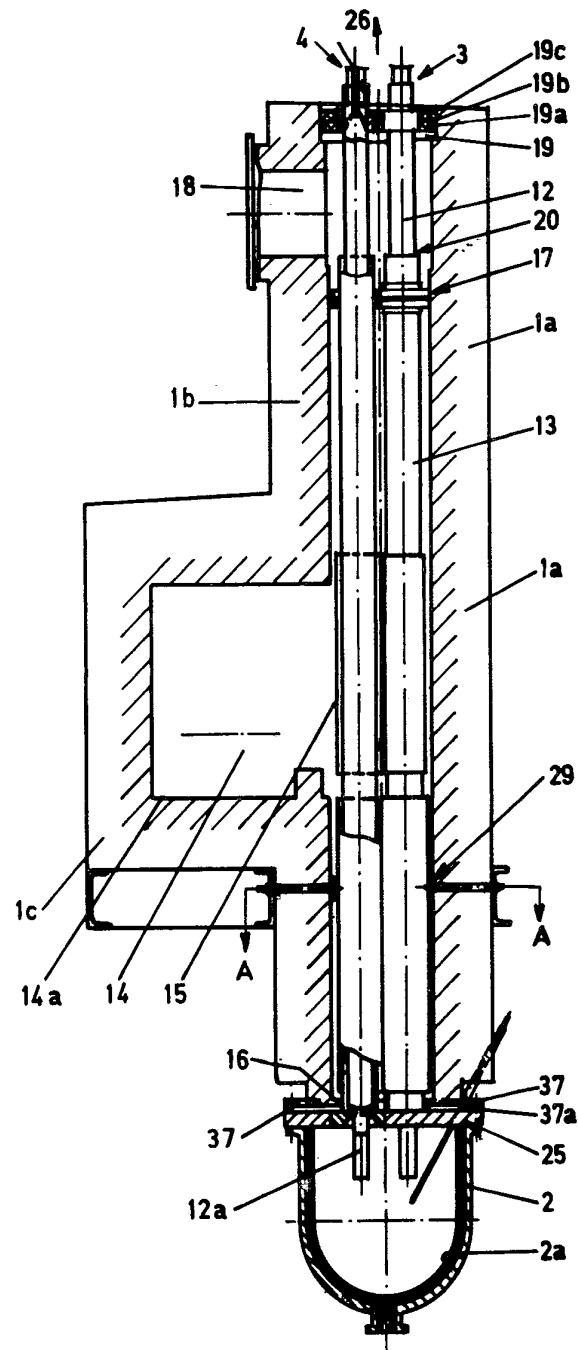


Fig. 2a



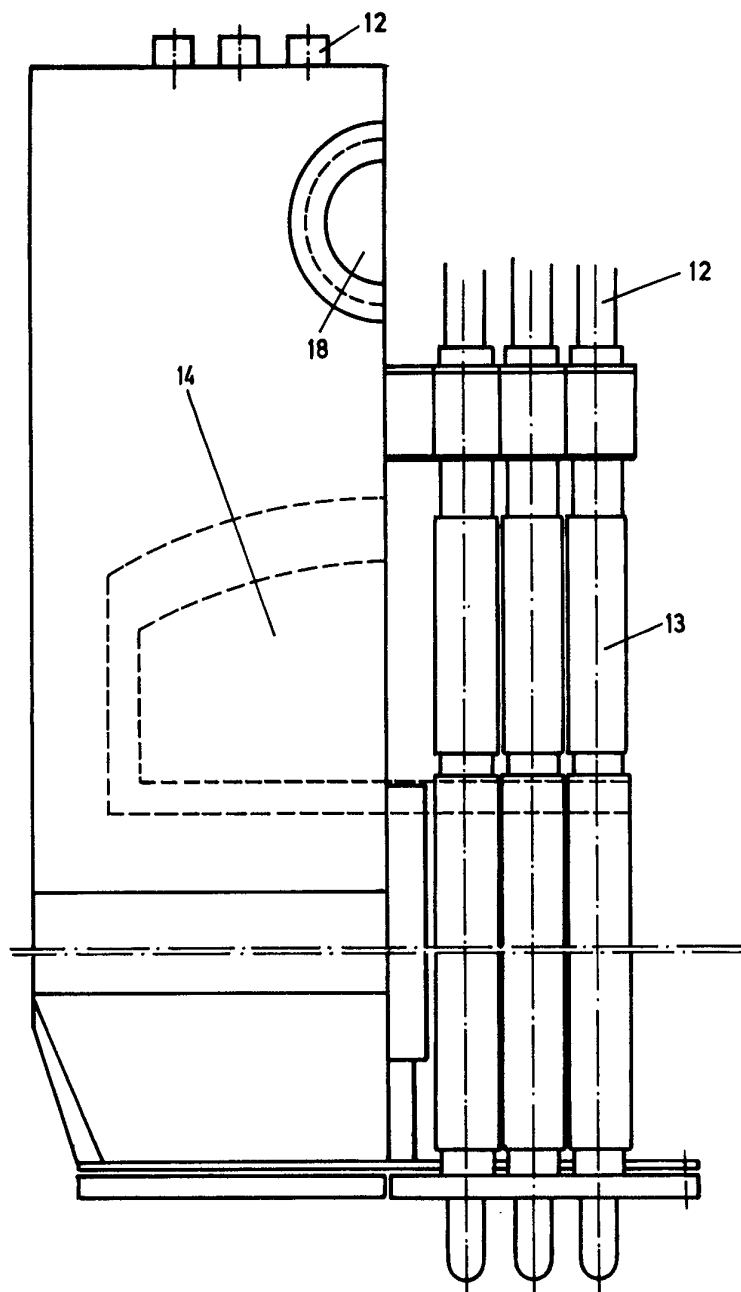


Fig. 2b

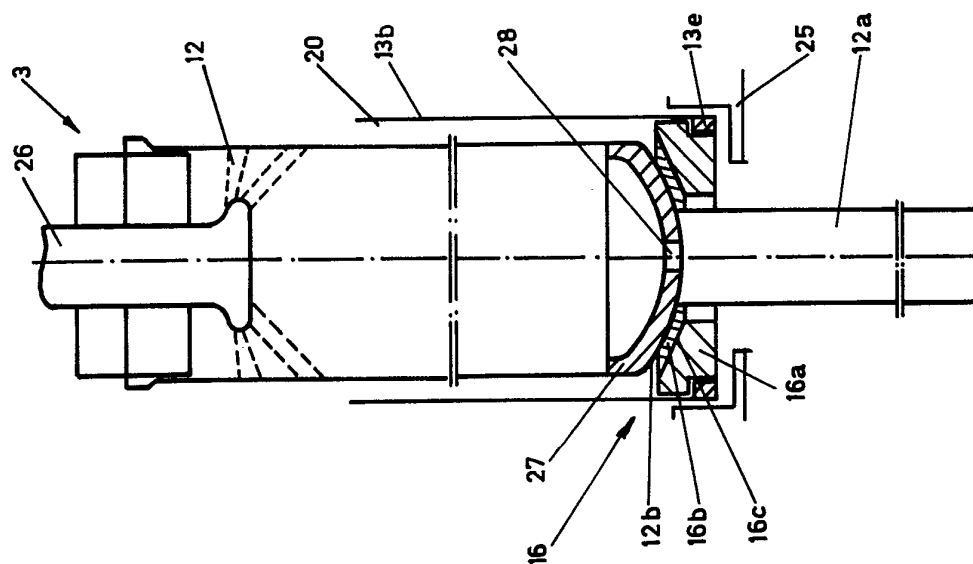


Fig. 3

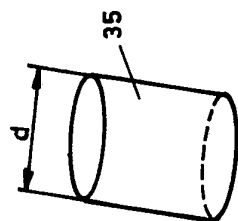


Fig. 7a



Fig. 7b

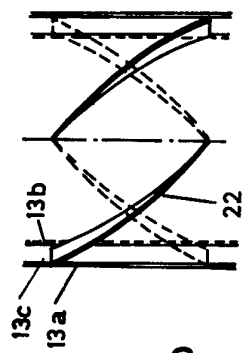


Fig. 4b

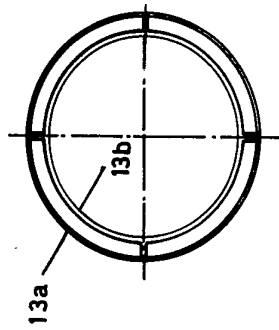


Fig. 4c

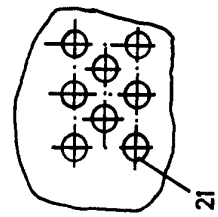


Fig. 4d

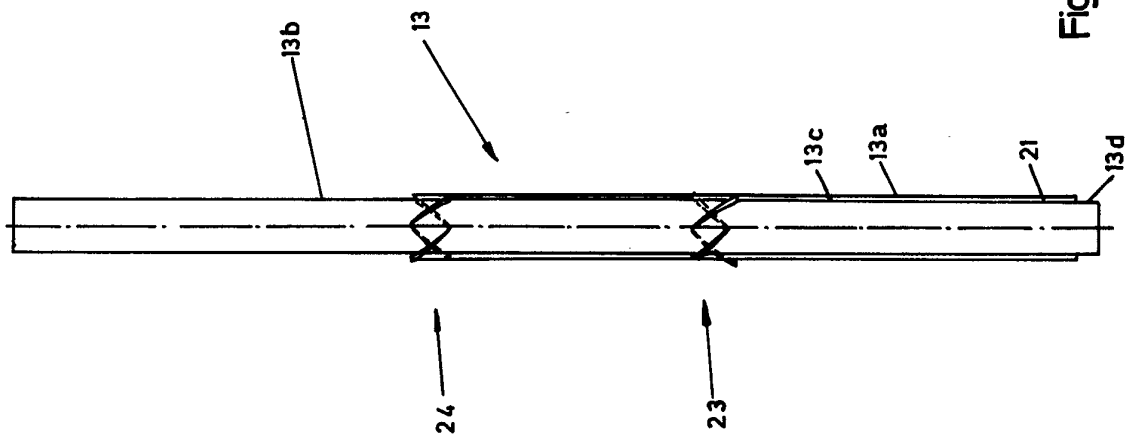
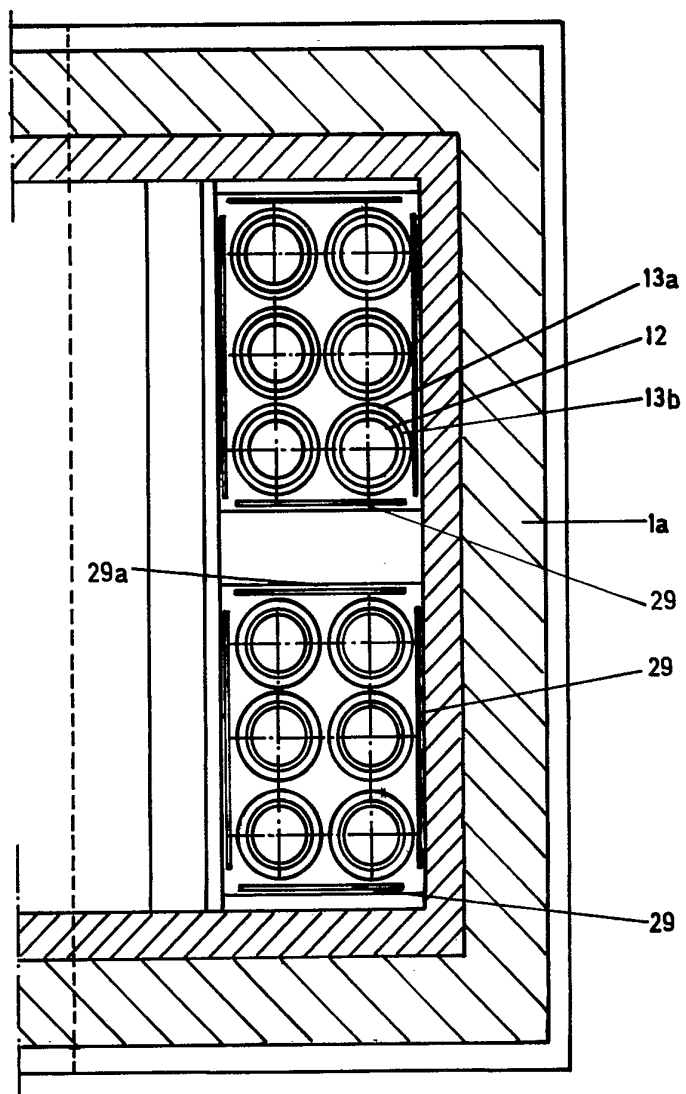
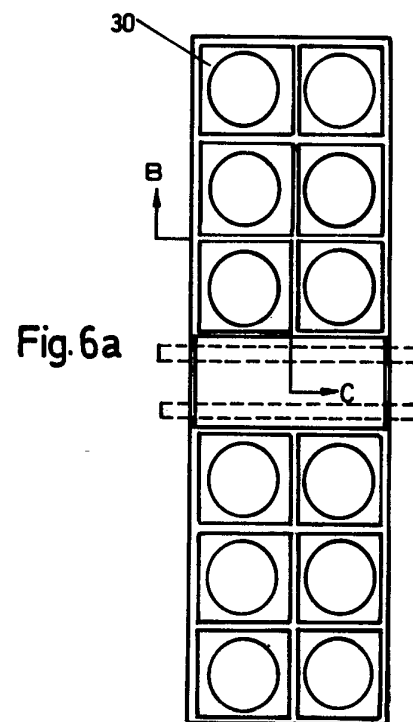
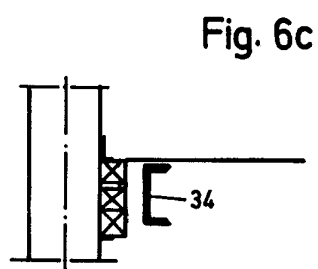
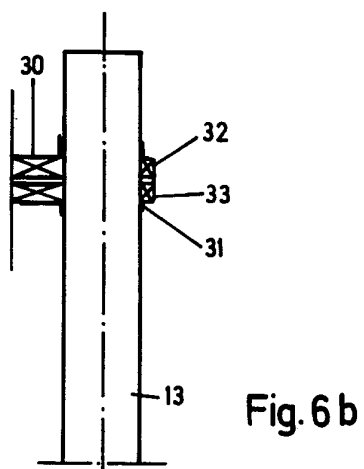


Fig. 4a

Fig. 5





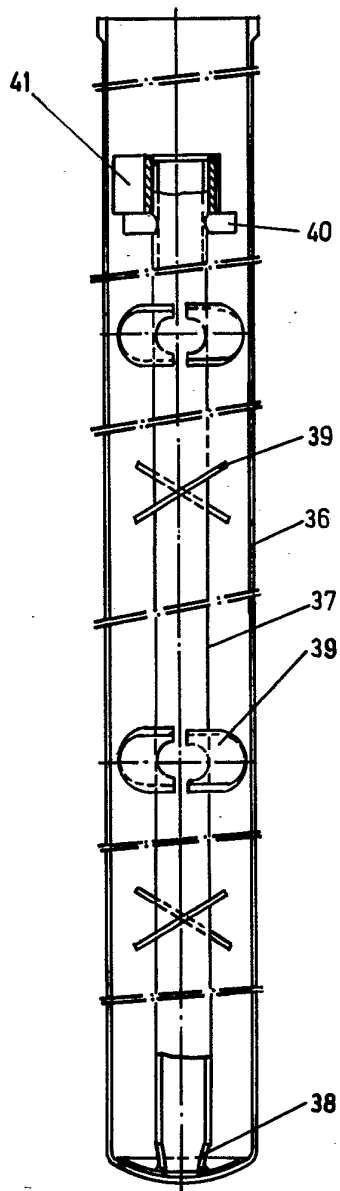


Fig.8