

# Zeitschrift für angewandte Chemie.

1903. Heft 19.

## Über Reaktionstürme.<sup>1)</sup>

Von Dr. Hermann Rabe.

Mit Reaktionstürmen bezeichnet man bekanntlich in der angewandten Chemie solche Apparate, in denen mit Hilfe von „Füllkörpern“ Flüssigkeiten mit Gasen in Reaktion gebracht werden. Die Füllkörper dienen lediglich dazu, die Berührung zu einer möglichst innigen zu gestalten, sie zeichnen sich daher durch möglichst große Oberflächen in einem gegebenen Volumen aus. Von natürlichen Stoffen, die hierfür in Betracht kommen, seien Koks und Bimsstein genannt, die besonders raue Oberflächen besitzen, außerdem aber noch eine weitere wertvolle Eigenschaft haben, nämlich ein sehr geringes Füllgewicht. Ungünstiger, aber auch noch viel verwendet, sind Flintsteine, Granitsteine etc.; einmal haben sie ein dreimal bis fünfmal so hohes Gewicht, sodann aber spalten sie in mehr geraden Flächen, so daß sie zu geringe Oberflächen erhalten.

Man hat schon seit langer Zeit versucht, an Stelle der natürlichen Füllkörper künstliche zu schaffen, die im bestimmten Volumen recht große Oberfläche besitzen. Die Lunge-Rohrmannschen Platten mögen wohl die ältesten künstlichen Füllkörper darstellen, ihnen folgten bald die Plathschen Kegel, die Kúpkeschen Platten, die Nauheimer Schalen, die Guttmannschen Kugeln, die Kollreppschen Schalen und die mehr oder weniger kompliziert gestalteten Zylinder.

Es ist nun schwer möglich, in Bausch und Bogen über alle diese Füllkörper — ich habe nur die hauptsächlichsten angeführt — ein Urteil abzugeben, da je nach den Reaktionserfordernissen die einen mehr, die anderen weniger gut verwendbar sind. Es mag daher angezeigt erscheinen, auf die hauptsächlichsten Erfordernisse, die für alle in Betracht kommen, hinzuweisen.

Ich habe bereits erwähnt, daß das erste Erfordernis eine recht große Oberfläche ist; Oberfläche muß hier aber als „benetzte Oberfläche“ verstanden werden, noch richtiger ausgedrückt als „berieselte Oberfläche“. Von diesem Gesichtspunkte aus können die Unter-

seiten von Schalen nicht als wirksame Oberflächen gelten, aber überhaupt die Unterseiten jeglicher Füllkörper werden immer nur in geringerem Maße wirksam sein, weil die Reaktionsflüssigkeit nur bei genügend großer Neigung den gesamten Weg zurücklegt, im anderen Falle schon früher zum Abtropfen gelangt. Riefelung der Oberflächen ist vorteilhaft, wie überhaupt jede Vorkehrung, die Oberfläche durch Rippen, Höcker etc. zu vergrößern.

Das zweite Erfordernis ist, daß die Oberfläche ständig von der Flüssigkeit bespült wird; denn es ist klar, daß nur die ständige Erneuerung der Oberfläche den Austausch zwischen Gas und Flüssigkeit fördert. Die Flüssigkeitsschicht ist bei mehr oder weniger senkrechten Flächen dünner, da sie schneller zirkuliert. Im Gegensatz zu älteren Anschauungen wirken diese fast senkrechten Flüssigkeitsflächen günstiger als die meist gebräuchlichen wagerechten, weil sie dünner und in heftigerer Bewegung begriffen sind. Die großen Flüssigkeitsschichten, die absichtlich in Schalen, Töpfen oder dgl. untergebracht werden, vermehren nur das Gewicht des Reaktionsturmes und die zirkulierende Flüssigkeitsmenge, ohne daß ersichtlich ist, daß sie irgend einen wesentlichen Vorteil aufweisen. Nicht die Durchflußzeit als solche kommt in Betracht, sondern nur die Zeit, innerhalb welcher die Flüssigkeit in möglichst dünner Schicht den Gasen sich darbietet.

Die ständige Bespülung der Oberflächen hat auch noch den Vorteil, daß aus den Gasen oder den Flüssigkeiten sich etwa absetzende Schmutzteile, wie es namentlich im Gloverden Fall ist, keine Möglichkeit finden, festen Fuß zu fassen, und daher leicht entfernt werden können.

Für schmutzhaltige Gase und Flüssigkeiten spielt ferner der Zwischenraum zwischen den Füllkörpern eine sehr wesentliche Rolle. Durch die Zwischenräume muß die Flüssigkeit in der einen und die Gase in der anderen Richtung hindurchströmen, es findet also hier eine besonders energische Reaktion statt und daher bei genannten Gasen Schmutzablagerung. Sind nun die Zwischenräume zu eng, so tritt sehr bald Verstopfung ein, die nur dann mühelos behoben werden kann, wenn die Schmutzablagerung an einer senk-

<sup>1)</sup> Vortrag, gehalten im Märkischen Bezirksverein des Vereins Deutscher Chemiker am 18. März 1903.

rechten Wand vor sich geht. Es müssen also wagerechte Verengungen durchaus vermieden werden, doch müssen auch senkrechte möglichst die Gestalt haben, daß enge Schlitzte nicht gebildet werden.

Die Gestalt resp. Aufstellung der Füllkörper wird möglichst so eingerichtet, daß die Zwischenräume der einen Etage durch die Füllkörper der nächst höheren verdeckt werden, damit die Gase gezwungen werden, einen Zickzackweg zu nehmen. Die sich so bildenden Gaswirbel treiben dann ununterbrochen neue Gasteilchen an die Flüssigkeiten heran. Außerdem entstehen so auch Vermischungen der Gase in ihren einzelnen Teilen, wodurch ein Ausgleich zwischen den in der Reaktion mehr und den in der Reaktion weniger vorgeschrittenen erzielt wird.

Soviel mag über die Füllkörper im allgemeinen gesagt sein. Die Gestalt der Reaktionstürme ist nicht ganz unwesentlich für den Reaktionsverlauf, doch scheint diese Sache früher viel zu viel überschätzt zu sein. Früher baute man Türme bis zu 15 m Höhe, heute ist man schon auf den dritten Teil herabgekommen, und ich nehme nicht Anstand zu erklären, daß diese Höhe noch bedeutend unterschritten werden kann. Früher hegte man die Meinung, daß nur dann eine günstige Reaktion zwischen den Gasen und der Flüssigkeit stattfindet, wenn zugleich eine bestimmte Reibung oder, anders ausgedrückt, ein bestimmter Druckverlust zwischen der Gaseintritts- und der Gasaustrittsstelle stattfindet. Exakte Versuche im kleinen sowohl wie im großen haben mir nun gezeigt, daß diese Reibung absolut unwesentlich ist für den Reaktionsverlauf, daß allein die Berührungsoberfläche das Wesentliche bildet, daß es daher im Prinzip ganz gleichgültig ist, ob die Reaktion in engen hohen oder weiten niedrigen Türmen verläuft.

Es empfiehlt sich daher besonders bei einem dicht gepackten Füllmaterial zu niedrigen Türmen überzugehen. Denn bekanntlich nimmt bei verdoppelter Grundfläche der Türme — bei sonst gleichem Volumen — der Widerstand mit dem Kubus von zwei d. h. um das Achtfache ab.

Nun hat man früher gemeint, die hohen engen Türme ergeben eine bessere Flüssigkeitsverteilung im Füllmaterial als niedrige weite. So lange man bei den primitiven Flüssigkeitsverteilungen blieb, war diese Meinung vollauf gerechtfertigt. An und für sich ist aber nicht einzusehen, weshalb ein Gas bei schmalem Strome und langem Wege günstiger beeinflusst werden kann als ein Gas in breitem Strome und auf kurzem Wege. Denn wenn man die Einzelwege der Zweigströme

in beiden Fällen addiert, erhält man genau die gleiche Zahl der Gesamtwege. Es geben also allein praktische Rücksichten auf die Bauausführung die Richtschnur ab für das Verhältnis von Grundfläche zur Höhe.

Die Grundfläche wird von den einen als Quadrat, von den anderen als Rechteck, von dritten als Kreis, von vierten sogar als Ellipse gestaltet, es ist schwer hier allgemeine Vorschriften zu machen, der Herstellungspreis spielt hierbei wohl meist die entscheidende Rolle.

Die Größe der Türme, d. h. ihr Volumeninhalt hängt nur von der wirksamen Oberfläche ab, es ist also unbedenklich richtig, bei einem doppelt so wirksamen Füllmaterial nur das halbe Volumen zu nehmen, und man ersieht daraus, daß es richtiger ist, die Turmdimensionen auf der Grundlage der wirksamen Quadratmeteroberfläche anzugeben, als des Gesamtvolumens, noch dazu wenn man bedenkt, daß ein nicht geringer Teil oben und unten im Turm nicht zur Geltung kommt, und zwar in letzterem Falle, weil die Rostbildung für das Füllmaterial eine gewisse Turmhöhe beansprucht, und in ersterem Falle, weil der Gasaustritt ebenfalls, wenn er wie gewöhnlich durch die Seitenwand erfolgt, Turmraum fortnimmt. Die Bezeichnungsweise, die bei Dampfkesseln schon längst eingeführt ist — Quadratmeter Heizfläche — sollte auch hier als „Quadratmeter wirksame Oberfläche“ die alleinige Richtschnur bilden. Vielleicht wird man mir einwenden, daß es schier unmöglich ist anzugeben, welche wirksame Oberfläche denn in einem ausgepackten Turme vorhanden ist, aber abgesehen davon, daß, wenigstens für künstliche Füllkörper, sehr wohl eine Berechnung durchführbar, ist diese Berechnung viel einwandfreier als die rein mechanische des Turmvolumens.

In den allermeisten Fällen wird als Füllkörper ein nichtmetallisches Material benutzt, im Grunde genommen nur wegen der Indifferenz gegen chemische Einflüsse, das verhältnismäßig leichte Füllgewicht ist ein weiterer Vorteil. Die nicht immer genügende Widerstandsfähigkeit gegen Temperaturwechsel ist die Kehrseite davon. Bekanntlich zerfallen viele Füllmaterialien, die jahrelang vollauf den Ansprüchen auf Widerstandsfähigkeit gegen Säuren und Temperaturen genügt haben, oftmals beim Lagern an der Luft, nachdem sie aus den Türmen herausgenommen sind, wahrscheinlich weil sie dann Feuchtigkeit anziehen und so die Poren des Materiales zersprengen. Auf Haltbarkeit im Innern der Türme muß besonderer Wert gelegt werden, weil die Zerstörung der Füllkörper, sei es durch allmählichen chemischen Angriff oder

durch mechanischen Zerfall, den Zusammenhang der Füllkörper unter einander unterbricht.

Die Speisung der Reaktionstürme erfolgt jetzt gewöhnlich mittels automatischer Druckfässer. Der Kestnersche Pulsometer ist der erste in der Praxis bewährte Apparat zum automatischen Heben von Flüssigkeiten gewesen, die später eingeführten Apparate, das Schützesche automatische Druckfaß und das Plathsche Automobildruckfaß<sup>1)</sup> weisen verschiedene sehr wesentliche Verbesserungen auf. Da die automatischen Druckfässer die Flüssigkeiten in verhältnismäßig kleinen Mengen — 50—100 l — heben, gebraucht man nur kleine Zwischengefäße von etwa 250 l ober- oder unterhalb der Türme, so daß man also nicht nur in den Anschaffungskosten bedeutende Ersparnisse erzielt, sondern auch die Betriebskosten ungemein verbilligt, da einmal die Wartung so gut wie ganz fortfällt und außerdem der Preßluftverbrauch sich rationaler gestaltet, weil die Ein- und Umschaltungen automatisch vor sich gehen.

Ganz wesentlich zur Erhöhung der Wirksamkeit trägt eine rationelle Berieselung der Füllkörper bei. Von H. H. Niedenführ sind in der Zeitschrift für angewandte Chemie 1902, S. 244 ff. bereits verschiedene übliche Berieselungsvorrichtungen beschrieben worden. Mit einfachen Überlaufverteilern, mögen sie auch noch so kunstvoll hergestellt sein wie die Rohrmannschen, ist auf die Dauer doch keine Gleichförmigkeit zu erzielen, da sie zu empfindlich für nicht ganz reine Flüssigkeiten sind, mit denen man ja immer in der Technik zu rechnen hat. Außerdem verlangen sie wie die Überlaufrinnen noch besondere Zulaufleitungen zu den Abtropfstellen und noch besondere Verschlüsse in der Turmdecke, fall sie diese durchdringen müssen. Die Verteiler aber im Innern der Türme aufzustellen, wodurch ja die Weiterführung vereinfacht würde, geht leider nicht an, weil dann die Verteilung ohne jede Kontrolle resp. ohne die Möglichkeit eines Eingriffs von außen vor sich gehen muß. Die zentralen Verteiler nach Rohrmann, die auch in Blei ausgeführt werden, sind für große oder kleine Flüssigkeitsmengen gleich gut zu gebrauchen, die Rinnen dagegen müssen wegen der verschiedenen Entfernungen der Einlaufstelle von den Auslaufstellen bei jeder Veränderung der Flüssigkeitsmengen von neuem eingestellt werden.

Bei schmutzigen Flüssigkeiten oder solchen, die Neigung verraten, Krystalle abzuscheiden, versagen, wie bereits angegeben, beide. Die

bekannte zwangsläufige Verteilung mit Hilfe des Segnerschen Rädchens wird vielfach angewendet. Sie beruht darauf, daß das durch die ausfließende Flüssigkeit in Drehung versetzte Rädchen seine Flüssigkeit über einen in gleiche Sektoren geteilten Kreis ergießt, so daß also jeder Sektor gleich viel Flüssigkeit erhält, und die einzelnen Flüssigkeitsteile von den Sektoren aus weiter geleitet werden. Bei Türmen geringen Durchmessers verlängert man meist die Sektoren über den gesamten Turmquerschnitt hin und sieht Öffnungen in der Decke vor, durch welche die Flüssigkeit abfließt. Durch besondere Anordnung ist es möglich, diese Verteilung in das Turminnere hineinzuverlegen, so daß also besondere Flüssigkeitsverschlüsse fortfallen. Bei größeren Türmen pflegt man wie bei der Überlaufverteilung von dem eigentlichen Verteiler aus besondere Leitungen zu den Abtropfstellen im Turme zu legen.

Komplizierter wird die Verteilung, je mehr Ableitungen geschaffen werden sollen, aber auch schon bei geringer Zahl der Ableitungen versagt die Verteilung oft, wenn die Flüssigkeitsmenge nicht dem Rädchen angepaßt ist. Bei zu geringer Flüssigkeitsmenge stehen die Rädchen still, bei zu großer laufen sie über, verteilen also in beiden Fällen nicht. Man hat sich wohl zu helfen gesucht durch auswechselbare Rädchen mit verschiedenen großen Auslauföffnungen oder durch Trennung der zum Antreiben benutzten Flüssigkeitsmengen von der zu verteilenden, aber zuverlässige Verteilung wird auch so auf die Dauer nicht erzielt. Dagegen gewinnt man bereits bedeutend bessere Resultate, wenn man zur Drehung des Rädchens eine eigene Betriebskraft verwendet. Da die hierzu erforderliche Kraft sehr klein ist, so erwachsen keine wesentlichen Betriebsausgaben, wohl aber erhält man die Sicherheit, daß die Verteilung ständig erfolgt, so lange die Betriebskraft vorhanden ist. Doch auch diese Art der Verteilung ist noch nicht vollkommen, bei größeren Türmen bedarf sie sehr vieler Sektoren, muß daher einen sehr großen Durchmesser erhalten und benötigt einer entweder sehr komplizierten Weiterleitung oder einer mindestens ebenso komplizierten Verteilerdecke innerhalb des Turmes. Außerdem ist sie doch noch zu sehr abhängig von der Reinheit der Flüssigkeiten und nicht frei vom Spritzen und Geruchsbelästigung.

Ich habe daher eine neue Flüssigkeitsverteilung konstruiert, die ebenfalls rein mechanisch, die genannten Nachteile vollkommen vermeidet und außerdem noch sonstige Vorzüge aufweist. Diese Flüssigkeitsverteilung (D.R.P. 140 998) geht von dem Gedanken

<sup>1)</sup> Z. f. a. Ch. 1902, S. 1211.

aus, daß man ebenso, wie man mit dem Segnerschen Rädchen eine Teilung in gleiche Teile erhalten kann, auch ungleiche Teile herstellen kann und daß diese ungleichen Teile zur Berieselung ungleicher Flächen verwendet werden. Beim Kreise der gewöhnlichsten Turmgrundfläche haben nun die vom Zentrum entfernten Teilkreise eine größere Länge als die näheren; bekanntlich ist diese Länge direkt proportional dem zugehörigen Radius. Wenn man also zur Berieselung des z. B. sechsmal so langen Kreises eine sechsmal so große Flüssigkeitsmenge, zur Berieselung des zehnmal so langen Kreises eine zehnmal so große Flüssigkeit u. s. w. nimmt, so leuchtet ein, daß sämtliche gleich großen

Einzelstrahlen zerlegt, die erst als solche zur weiteren Verteilung gelangen. Die Umdrehung der Verteilerrinne erfolgt etwa 4 mal in der Minute, die erforderliche Antriebskraft beträgt, da ja nur die Lagerreibung zu überwinden und diese auch noch durch ein Kugellager vermindert wird, nicht einmal ein fünfzigstel Pferdekraft, kann also überall durch kleine Motoren — Elektrizität, Dampf, Luft, Wasser etc. —, z. B. durch Laboratoriumsturbinen nach Rabe, ja sogar durch in gewissen Zeiträumen aufziehbare Gewichte geleistet werden. Die Notwendigkeit, mit mechanischer Kraft zu arbeiten, mag vielen als ein Rückschritt gegenüber den bisherigen Verteilungen erscheinen, aber tatsächlich gibt

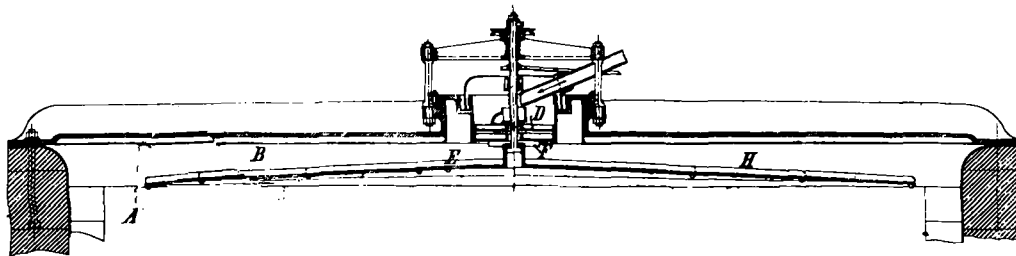


Fig. 1.



Fig. 2.

Teile der verschiedenen Kreise die gleiche Flüssigkeitsmenge erhalten müssen. Wird daher eine Kreisfläche in Kreisringe von gleicher Breite geteilt, so werden die zu ihrer Berieselung erforderlichen Mengen so eingeteilt, daß sie den Längen ihrer Mittellinien entsprechen. Die Teilung geschieht nun durch Drehung einer Kreisscheibe, die in Sektoren geteilt ist, deren Winkel eine konstante Differenz aufweisen, an diese Sektorenschließen sich Rinnen an, deren Längen ebenfalls konstante Differenzen haben, so daß also eine jede Rinne und mit ihr der zu berieselnde Kreis eine genau proportionale Flüssigkeitsmenge erhalten.

In der Abbildung (Fig. 1 u. 2) stellt *A* den Turm dar, der berieselt werden soll, *B* die Turmdecke und *E* die Sektorenscheibe mit den Sektoren *I* und den Rinnen *H*. Damit nun nicht die einzelnen Flüssigkeitsteile die Berieselungskreise nur strichweise beträufeln, d. h. langsam beim Beginn des Ablaufs, dann schneller, wenn der Hauptstrom kommt, und dann zum Schluß wieder verlangsamt, wird durch eine vorgeschaltete Verteilungsvorrichtung *D* und *F* der zufließende Flüssigkeitsstrahl in möglichst viele gleichmäßig fließende

erst sie den Grad von Zuverlässigkeit, den man an eine rationelle Flüssigkeitsverteilung stellen muß. Außerdem kommt nur die einmalige Anschaffung in Betracht, die Betriebskosten sind unbedeutend, die Leistung dagegen von keiner anderen Flüssigkeitsverteilung übertroffen. Auf die Verteilung hat es keinen Einfluß, ob geringe oder große Flüssigkeitsmengen verteilt werden sollen, ob die Flüssigkeiten ganz rein sind oder Schmutzteilechen enthalten, denn Ablauflöcher sind möglichst vermieden oder wenigstens so groß gehalten, daß sie sich mit gewöhnlichen Flüssigkeiten nicht verlegen. Die Flüssigkeiten werden ferner unter Luftabschluß zugeführt, was namentlich bei gasentwickelnden oder gashaltenden sehr vorteilhaft ist. Für Glover z. B. kann man die Nitrose mit dem zuzusetzenden Wasser dem Verteiler getrennt zuführen und erst innerhalb der Vorrichtung mischen. Mechanische Verluste durch Spritzen sind ganz ausgeschlossen. Die Flüssigkeitskontrolle erfolgt am besten durch die „Hahnmesser Rabe“<sup>2)</sup>, die sich in der Praxis bestens bewährt haben.

<sup>2)</sup> Z. f. ang. Ch. 1900, S. 236.

Vergleicht man diese Verteilung mit der bisherigen, so ersieht man, daß man z. B. bei 3 m Turmdurchmesser und Zwischenräumen der einzelnen Berieselungskreise von 10 cm nur eine Flüssigkeitszuführung von außen nötig hat, eigentliche Abtropflöcher fallen ganz fort, ebenso Flüssigkeitszuführungen durch die Decke hindurch. Bei gegenseitigem Abstände von 10 cm hätte man sonst etwa 600 Abtropflöcher nötig, und wenn man die Flüssigkeitsteile so nahe an einander zuführen will, wie es hier geschieht, so würde dies ganz unmöglich sein; denn bei 1 cm Abstand kämen schon 6000 Löcher heraus.

Nun mag gesagt werden, daß eine so weit gehende Flüssigkeitsverteilung im Grunde genommen ein Luxus ist, da ja das Füllmaterial doch selbst verteilend wirkt. Nehmen wir wirklich einmal dies als wahr an, so geschieht dies doch nur auf Kosten des wirksamen Reaktionsraumes, und gerade in der obersten Zone, wo die letzten Spuren aus den Gasen herausgenommen werden sollen, fehlt dann die innige Verteilung, die durchaus nötig ist. Die geschilderte Flüssigkeitsverteilung bezieht sich ursprünglich auf runde Türme, wie ich bereits erwähnt habe, aber auch bei quadratischen wird sie sehr vorteilhaft angewendet, wenn man die oberste Füllschicht kreisförmig so abdeckt, daß nur der von der Verteilungsvorrichtung berieselte Teil der Füllschicht von den Gasen durchstrichen wird. Es kommen dann tatsächlich auch die obersten Gasteile mit genügend verteilter Flüssigkeit zusammen und in den unteren Teilen verteilen sich dann sowohl die Gase als die Flüssigkeiten zweckentsprechend.

Für die verschiedenen Gase und Flüssigkeiten können die mit ihnen in direkte Berührung kommenden Teile aus entsprechendem Material angefertigt werden, Guß-, Schmiedeeisen, Hartblei, Säurebronze, Ton etc. sind bisher in Bearbeitung gezogen worden. Die Anfertigung in Ton haben die Vereinigten Tonwarenwerke A.-G., Charlottenburg übernommen.

Zur Montage des Apparates ist noch zu bemerken, daß die Verteilerrinne entweder durch die Mittelöffnung oder aber auch durch eine Seitenöffnung eingeführt werden kann, im letzteren Falle wird als Unterlage eine Art Rinne benutzt, die die Fixierung erleichtert, die Befestigung der Verteilerrinne an der Achse geschieht einfach durch Drehung derselben um 90 Grad.

Wird durch vorliegende Apparatur die Möglichkeit bedeutend erleichtert, die Grundfläche der Türme zu verbreitern, da im Grunde genommen nur die schwierigere

Flüssigkeitsverteilung bisher davon abgehalten hat, so bleiben doch noch andere Nachteile der Reaktionstürme bestehen, die bisher eine große Klasse von Reaktionen von der Anwendung von Reaktionstürmen ausgeschlossen haben. Der günstigste Reaktionsturm ist bisher nur eine rohe Vorrichtung gewesen, wenn es sich darum handelte, bei einer gewissen Temperatur eine Reaktion zu vollziehen. Man möchte sagen, daß es aussichtslos schien, dem Reaktionsraum mit seinem äußerst intensiven innigen Arbeiten noch von außen her eine Regelung zuzuführen. Die Turmwände sind im Verhältnis zum Turminhalt sehr klein, vielfach — z. B. beim Glover und dem Plattenturm — werden ihre Wände noch mit Steinen oder sonstigem keramischen Materiale ausgesetzt, von hier aus ist also keine Temperaturbeeinflussung möglich. Man hat wohl versucht, Röhren in das Innere hineinzulegen, durch die man Luft oder Wasser streichen ließ, aber man sah dann sofort, daß wohl die Gase beeinflusst werden konnten, nicht aber die Flüssigkeiten, resp. nur indirekt, nämlich durch die beeinflussten Gase, und daß vor allen Dingen die so notwendige Flüssigkeitsverteilung geradezu aufgehoben wurde. Die Temperierrohre dienten dann nämlich als Sammelrohre für die Flüssigkeit. Man war daher gezwungen, zum Durchpressen der Gase durch Flüssigkeiten seine Zuflucht zu nehmen, und mußte hierbei bedeutend höhere Kraft aufwenden. Nach einer Berechnung Hurters im Journal of the Society of Chemical Industry, 1893, S. 229 stellt sich bei gleich inniger Flüssigkeits- und Gasberührung das Verhältnis des Kraftbedarfs der Behandlung von 100 Vol. Gas mit 1 Vol. Flüssigkeit einmal in einem Turm von 4,5 qm Grundfläche und 12 m Höhe und ein andermal beim Durchpressen durch eine 1,1 m hohe Flüssigkeitssäule wie 11:100. Da man nun bei Kammergasen im Glover etwa 4000, im Gay-Lussac 2—3000, in der Salzsäurekondensation etwa 600—1500 anstatt obiger 100 Gasvol. auf 1 Vol. Flüssigkeit annehmen muß, so geht daraus hervor, daß man tatsächlich einen viel bedeutenderen Kraftaufwand für die Behandlung in wie Wulfsche Flaschen gebauten Absorptionsapparaten nötig hat. Es verdienen daher alle Mittel und Wege das größte Interesse, die geeignet sind, die oben genannten hohen Betriebskosten zu verringern.

Bei meiner Temperiervorrichtung (D.R.P. 139 234) lehne ich mich nun soweit an die früheren an, daß ich das Temperiermittel ebenfalls in das Turminnere einführe, aber ich bringe an der Temperiervorrichtung gleich-

zeitig Vorkehrungen an, daß die vorhandene Flüssigkeitsverteilung aufrecht erhalten bleibt. Zu diesem Zwecke werden die Temperierrohre — Doppelböden oder dgl. — entweder so gestaltet, daß sie sich teilweise einander überragen, oder aber mit Rippen oder Deckeln versehen, damit jedes Flüssigkeitsteilchen unter Aufrechterhaltung der bestehenden Verteilung auf die Temperiervorrichtungen auftreffen muß. Dort fließt es in möglichst dünner Schicht nach unten und tropft dann auf die nächst unteren Füllkörper. Die Gase nehmen den umgekehrten Weg. Nebenstehende Figuren sind verschiedene Ausführungen der Temperiervorrichtung.

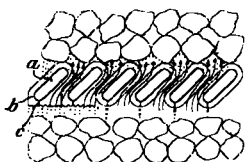


Fig. 3.

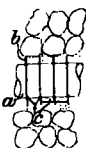


Fig. 4.

In Fig. 3 sind schräg liegende flache Rippenröhren dargestellt, die sich gegenseitig einander überdecken. Es wird so die herabrieselnde Flüssigkeit gezwungen, innerhalb eines bestimmten Bezirks, der durch die Abstände der korrespondierenden Teile der Röhren *a* einerseits und der Rippen *b* andererseits begrenzt wird, sich getrennt von den anderen Bezirken zu temperieren und auf die nächst unteren Füllschichten abzutropfen, währenddem die Gase an den Temperierkörpern von unten nach oben vorbeistreichen. Hat man beispielsweise in 1 qm Turmfläche 7 Röhren mit je 50 Rippen, so wird die herabtropfende Flüssigkeit in 7 mal 50 = 350 Teilen temperiert, die ihrerseits natürlich noch weiter geteilt sein können. Zur möglichst vielseitigen Verteilung beim Abtropfen tragen unten angesetzte Vertikalrippen *c* bei, die entweder mit einseitigem oder mit doppeltem Fall oder mit zahlreichen Zacken ausgeführt werden können, wie aus Fig. 4 ersichtlich ist. In Fig. 5 sind die Rippenröhren *a* noch mit einer schrägen Rippe *i* versehen, die dazu bestimmt ist,

bei einem größeren Abstände der Rippenröhren zu verhüten, daß Flüssigkeitsteile untemperiert durch die Temperiervorrichtungen hindurchfallen. Hier sind die Rippen *b* ebenfalls mit Zacken ausgeführt. Fig. 6 stellt

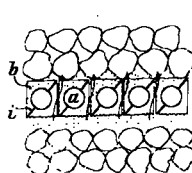


Fig. 5.

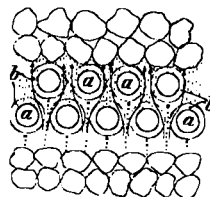


Fig. 6.

gewöhnliche Rippenröhren dar, in zwei über einander befindlichen Reihen gegen einander versetzt aufgestellt. Falls der Abstand der Röhren *a* von einander ihrem Durchmesser entspricht, wird der gleiche Effekt erreicht.

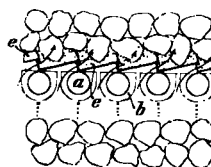


Fig. 7.

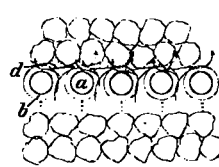


Fig. 8.

Fig. 7 gibt eine Ausführung an, bei der die Rippenröhren *a* mit Schalen *c* überdeckt werden, sodaß auch hier jedes Flüssigkeitsteilchen zur Temperierung zusammen mit den anderen eines bestimmten Bezirkes gelangt.

Eine einfachere Form ist in Fig. 8 angegeben. Es sind gewöhnliche Rippenröhren *a* vorgesehen, deren Zwischenräume durch geneigte Platten *d* derartig abgedeckt sind, daß die Gase reichlichen Durchgang finden, die Flüssigkeiten aber entweder auf die Röhren oder die Platten fallen, von welchen letzteren sie den Röhren ebenfalls zugeführt werden.

Die Montierung der Temperierrohre innerhalb der Türme scheint auf den ersten

Blick kompliziert, da es doch nicht angeht, jedes Rohr für sich in der Turmwand abzudichten. Doch macht es keine Schwierigkeiten, den Turmaufbau so zu bewerkstelligen, daß er

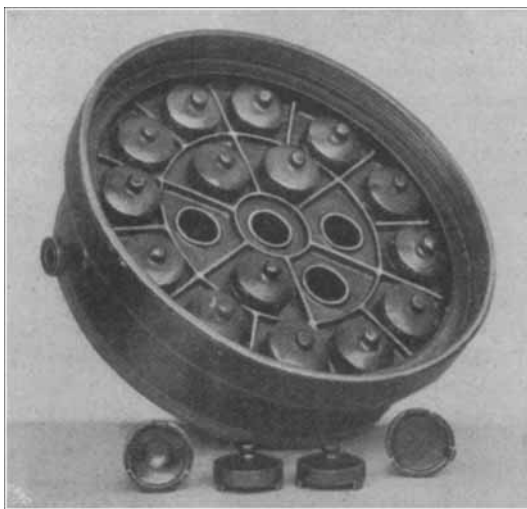


Fig. 9.

in einzelne Vertikalteile zerfällt und diese für sich montiert werden. Die Bleitürme für den Glover oder Gay-Lussac sind bekanntlich schon längst nach diesem Prinzip gebaut. Man vereinigt nun die freien Enden der Temperierrohre zu einem Rahmen, entsprechend der Turmfläche und befestigt sie entweder als ganze Temperierfläche oder geteilt zwischen den Turmteilen. Es läßt sich leicht so einrichten, daß Flansche oder andere Dichtungen im Innern der Türme unnötig werden, mithin die Kontrolle über die Temperierung äußerst leicht wird.

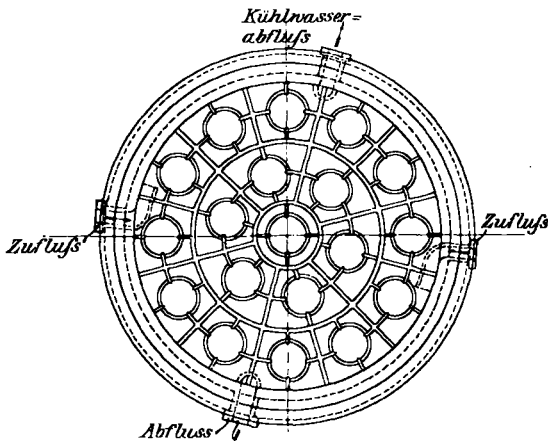


Fig. 10.

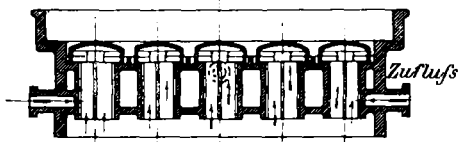


Fig. 11.

Die Temperierelemente können aus allen möglichen Materialien ausgeführt werden. Für Türme aus Blei können Hartblei oder mit Blei überzogene Eisenröhren verwendet werden. Für die Ausführung in Ton ist nach reiflicher Erprobung auf Temperaturwiderstandsfähigkeit nebenstehende Form (Fig. 9) gewählt worden, ein Doppelboden mit durchgehenden Stützen und darauf gelegten Kappen. Seine obere Fläche (Fig. 10) wird von Rippen durchzogen, die den Turmquerschnitt in viele Einzelteile abgrenzen; die Öffnungen (Fig. 11) werden mit seitlich durchlochten Kappen bedeckt, damit ein jedes Flüssigkeitsteilchen zur Temperierung gelangt. Die durch den Doppelboden geführten Stützen enden in Abtropfrändern. Solche Temperierelemente werden je nach Erfordernis in größeren oder kleineren Zwischenräumen von einander in den Reaktionstürmen untergebracht, gewöhnlich aber in den unteren

Teilen häufiger als in den oberen, weil dort die Reaktion intensiver zu verlaufen pflegt.

Fig. 12 zeigt die Anordnung für einen Salzsäurekondensationsturm. Die Temperierelemente sind als Turmzwischenstücke ausgebildet, sodaß sie sich leicht dem Turmaufbau anpassen. Als Füllmaterial dienen hier Lunge-Rohrmannsche Platten. Die Ausführung in Ton haben die Vereinigten Tonwarenwerke A.-G., Charlottenburg übernommen.

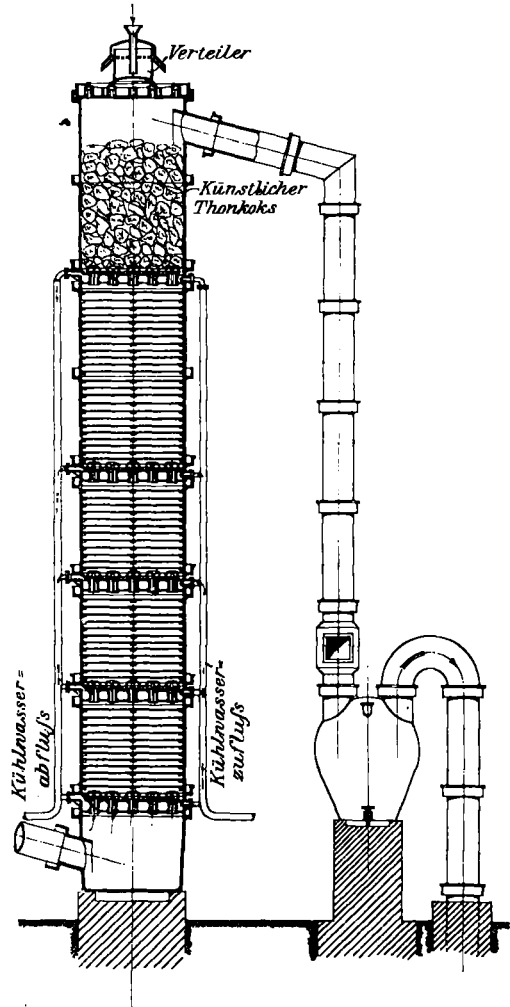


Fig. 12.

Besondere Anwendung finden die Temperievorrichtungen bei Absorptionen. Es ist ja bekannt, wie große Wärmemengen bei Absorptionen von Gasen durch Flüssigkeiten entstehen können. So kann z.B. die Temperatur bei der Trocknung feuchter Gase durch 60-proz. Schwefelsäure bis 100° C. steigen, ebenso ist bei dem bisherigen Absorbieren von Salzsäuregasen durch Wasser ohne energische Kühlung eine konzentrierte Säure nicht zu erzielen. In der Salpetersäurefabrikation herrschen ähnliche Verhält-

nisse. Man spart also nicht nur Reaktionsraum, sondern auch Berieselungsflüssigkeit und führt die Reaktion in kürzerer Zeit zu Ende.

Da diese Effekte, um auf Hurters Berechnung zurückzukommen, beim Durchleiten durch Reaktionstürme viel billiger erreicht werden können als beim Durchpressen durch Flüssigkeitssäulen, ist ersichtlich, daß sich für viele Fälle Absorptionstürme werden anwenden lassen, wenn man die obigen Ausführungen berücksichtigt.

Hoffentlich gibt mein Vortrag die Anregung dazu, die bereits bekannten Vorteile der Reaktionstürme noch mehr als bisher zu würdigen.

### Über Indikatoren zur maßanalytischen Bestimmung der Chinaalkaloide.

Von Dr. J. Messner.

Schon vor 3 Jahren habe ich in Mercks Bericht (1900. 13) und in der Apotheker-Zeitung (1900 No. 49) darauf hingewiesen, daß das deutsche Arzneibuch bei der maßanalytischen Bestimmung der Chinaalkaloide mit dem Indikator Hämatoxylin keinen besonders günstigen Griff getan hat, was inzwischen auch von anderer Seite bestätigt worden ist. So sagt z. B. auch H. Beckurts<sup>1)</sup>, daß ihm das Hämatoxylin nicht empfehlenswert erschienen, und in einer erst jüngst erschienenen Abhandlung über die Bestimmung des Chinins äußert sich W. Hille<sup>2)</sup> nicht in günstigem Sinne über diesen Indikator. Ich hatte deshalb schon an genannter Stelle für das Hämatoxylin ein anderes Titrationsverfahren vorgeschlagen und nebenbei auch den von Riegler<sup>3)</sup> angegebenen Indikator als brauchbar bezeichnet. Weitere Versuche haben aber ergeben, daß beide Indikatoren nicht das leisten, was sie anfangs zu versprechen schienen, und einige Vorkommnisse, die ich hier nicht näher erörtern will, zeigten, daß es immer noch an einem wirklich brauchbaren Indikator für die Bestimmung der Chinaalkaloide fehlt. Das war die Veranlassung zu nachstehenden Untersuchungen. Zwar sind in Bezug auf Indikatoren für die Bestimmung der Alkaloide schon weitläufige und genaue Versuche angestellt worden, wie z. B. in der interessanten Abhandlung von C. Kippenberger<sup>4)</sup>, allein ich wollte speziell für die Chinaalkaloide die gebräuchlichsten Indikatoren einer möglichst ein-

gehenden Untersuchung unterziehen, um festzustellen, ob die 4 Hauptchinaalkaloide gleich stark auf die verschiedenen Indikatoren einwirken oder was dasselbe ist, ob die Indikatoren gleich empfindlich seien gegen die 4 Chinaalkaloide oder nicht und welcher Indikator nicht nur der empfindlichste, sondern auch derjenige sei, der bei seinem Farbumschlag der individuellen Beobachtung und Beurteilung den geringsten Spielraum ließ. Letzteres bezweckte ja bekanntlich unter anderem auch die internationale Indikatorenkommission mit der Angabe der beiden Indikatoren Phenolphthalein und Methylorange für die Acidimetrie und Alkalimetrie im allgemeinen<sup>5)</sup>.

In den Kreis dieser Untersuchung zog ich die gebräuchlichsten alkaliempfindlichen Indikatoren Azolitmin, Hämatoxylin, Hämatein, Kongorot, Cochenille, Fluorescein, Phenacetolin, Gallein, Roseol, Luteol, Methylorange, Jodeosin und Lackmoid. Zur Titration wurden 1-proz. alkoholische Lösungen von reinem wasserfreiem Chinin, Chinidin, Cinchonin und Cinchonidin<sup>6)</sup> verwendet oder Lösungen der genannten Alkaloide in  $\frac{1}{10}$  N.-Salzsäure. Die gefundenen Resultate sind in folgendem verzeichnet. Auf Angabe der einzelnen Titrationsbefunde glaube ich dabei verzichten zu dürfen, da ihre große Zahl und eingehende Beschreibung einen zu großen Raum in Anspruch nehmen würde, ohne dadurch für Übersichtlichkeit und besseres Verständnis wesentlich beitragen zu können. Erwähnt sei noch, daß als Indikatorflüssigkeiten die Lösungen der betreffenden Farbstoffe nach Angabe von Glaser<sup>7)</sup> verwendet wurden, daß je 0,1 g Alkaloid in 50 ccm Flüssigkeit (Wasser, Alkohol oder Mischungen von Wasser und Alkohol) zur Titration kam und daß mit  $\frac{1}{10}$  N.-Lösungen titriert wurde.

#### Azolitmin.

Dieser Indikator verlangt entweder Übung oder die Benützung einer Vergleichsflüssigkeit, da die Farbumschläge bei Anwesenheit von Chinaalkaloiden nicht so scharf sind, als daß sie von jedem gleichmäßig beurteilt werden könnten. Der Farbenwechsel geht in wässriger und alkoholischer Lösung etwas zu langsam vor sich, wird auch in Anwesenheit von Alkohol insofern beeinträchtigt, als er bei der Titration auf Sauer (Rot) etwas zu früh und auf Alkalisch (Blau)

<sup>5)</sup> G. Lunge, Zeitschr. f. ang. Chem. 1903, 145.

<sup>6)</sup> Die Alkaloide waren durch Schmelzpunkt und auf polarimetrischem Wege auf ihre Reinheit geprüft.

<sup>7)</sup> Indikatoren; Wiesbaden, Kreidels Verlag. 1901.

<sup>1)</sup> Apoth.-Zeitg. 1903, 75.

<sup>2)</sup> Archiv d. Pharm. 1903, 106.

<sup>3)</sup> Pharm. Zentralh. 1899, 630.

<sup>4)</sup> Zeitschr. f. analyt. Chem. 1900, 201.