

tigung finden. Wird Schlackenmehl mit verdünnter Salzsäure (1 Th. HCl 1,19 + 5 Th. H₂O) behandelt, so bleibt häufig ein Rückstand von rother oder seltener schwarzbrauner Farbe. Dieser Rückstand, der lange in der Flüssigkeit schwebend bleibt, enthält zum allergrössten Theil Eisenoxyd, wenn er dunkel gefärbt ist, Manganoxyd. In welchem Verhältniss diese Ausscheidungen zur Zusammensetzung der Schlacken stehen, zeigt folgende Aufstellung. 2 g Schlackenmehl wurden mit 50 cc obiger Säure behandelt:

| | Bodensatz in der Flüssigkeit | Bodensatz nach dem Glühen | Ge- wicht des Satzes g | Fe ₂ O ₃ | Mahl- bar- keit |
|------|------------------------------------|------------------------------|---------------------------------|--------------------------------|-----------------------|
| I | Kein Satz | — | — | — | s. |
| II | Stark. schwarz- er Satz | braun | 0,1020 | 0,0220 | l. |
| III | Rother Satz | roth | 0,0140 | 0,0100 | l. |
| IV | " | " | 0,0035 | 0,0080 | w. l. |
| V | Schwach. Satz | leicht röthlich | 0,0030 | 0,0010 | s. |
| VI | Kein Satz | — | — | — | s. |
| VII | Rother Satz | roth | 0,0050 | 0,0040 | l. |
| 2. I | " | " | 0,0200 | 0,0060 | l. |
| II | " | " | 0,0120 | 0,0085 | l. |
| III | " | " | 0,0210 | 0,0150 | s. l. |
| IV | Kein Satz | — | — | — | s. |

Ein Blick auf die Zusammensetzung der betreffenden Schlacken zeigt sofort, dass nur die Eisenoxydschlacken einen Rückstand liefern, der hauptsächlich aus Eisenoxyd besteht. Die Eisenoxydulschlacken geben wenig oder gar kein Eisenoxyd ab. Dass das Eisenoxyd sich in solcher Weise ausscheidet, kann nur darin seine Erklärung finden, dass es in der Schlacke schon in freier Form vorhanden ist.

Die Ursache für die Härte oder Mürbheit der Schlacke lässt sich mit grosser Wahrscheinlichkeit aus den obigen Beobachtungen ermitteln. In der flüssigen Schlacke finden sich neben Phosphaten und Silicaten Verbindungen der Sesquioxyde mit vorwiegend Kalk. Diese Ferrate u. s. w. können bei langsamer Abkühlung der Schlacke nicht bestehen, sondern erleiden eine mehr oder weniger weitgehende Zersetzung, wobei sich Eisenoxyd und Manganoxyd ausscheiden. Die ausgeschiedenen Oxyde lagern sich in fein vertheilter Form zwischen den Molekülen und Partikelchen der andern Verbindungen, verhindern ihr festes Zusammenschliessen und bringen die Schlacke zum Zerfallen entweder von selbst oder bei mechanischer Bearbeitung. Wird die Schlacke aber schnell abgekühlt, so finden die Ferrate u. s. w. keine Zeit zur Zersetzung, die Cohäsion der Theilchen ist ungestört und die Schlacke bleibt hart. Ebenso vermag das Eisenoxydul das Ausscheiden des Eisenoxyds zu verhindern, so dass auch, wenn

verhältnissmässig viel Oxyd in der Schlacke vorhanden ist, dies ohne Wirkung bleibt, sobald eine gewisse Menge Oxydul gleichzeitig vorhanden ist. Das Oxyd wird dann wahrscheinlich vom Oxydul gebunden. Ich will hier nicht verfeheln, auf die interessante Abhandlung von Platz im ersten Heft von „Stahl und Eisen“ (vgl. S. 47 d. Z.) aufmerksam zu machen. In einer Besprechung der Hohofenschlacke spricht er die Vermuthung aus, dass das leichte Zerfallen gewisser langsam abgekühlter Hohofenschlacken seinen Grund in einer Spaltung von Verbindungen hat, die sich nur bei hoher Temperatur bilden und beim langsamen Erkalten wieder zerfallen, wobei eine theilweise Ausscheidung stattfindet.

Über Herstellung superphosphathaltiger Düngemittel aus eisenreichen Phosphaten.

Von

Dr. O. Jaehne.

Im Anschlusse an die Mittheilungen Schucht's (d. Z. 1891, 667) betr. Herstellung von Superphosphat aus eisenhaltigen Phosphaten, bemerke ich zu dem von mir vorgeschlagenen Verfahren (d. Z. 1891, 563) Folgendes:

Das zu verarbeitende Coprolythenmehl besteht aus 45,8 Proc. phosphorsaurem Kalk, entspr. 21 Proc. P₂O₅, 10 Proc. kohlensaurem Kalk, 16,0 Proc. Eisenoxyd, 1 Proc. Thonerde, 20 Proc. Kieselsäure und 7,2 Proc. anderen Bestandtheilen. Hiervon wird ein Theil angerührt mit einer Lösung von 1,5 Th. Bisulfat (dem Abfallproducte der Schwefelsäure- und Salpetersäurefabrikation mit etwa 30 Proc. freiem SO₃) in 6 Th. Wasser. Die freie Säure schliesst das Phosphat auf, greift aber das Eisenoxyd in Folge ihrer Verdünnung nur wenig an. Trennt man die Flüssigkeit durch Filtration von dem Gyps und dampft sie auf dem Wasserbade oder im Vacuum ein, so entsteht ein feuchtes, vollkommen in Wasser lösliches, gelbes Salz, welches bald in sich selbst gut trocknet. Es besteht aus Natriumsulfat, einbasisch phosphorsaurem Kalk und Phosphorsäure. Im Grossen werden in den bei der Doppel-superfabrikation gebräuchlichen Apparaten je 5 hk Coprolythenmehl mit 7,5 hk grob gemahltem Bisulfat und 3 hl Wasser angerührt. Die Mischung wird in Filterpressen gepumpt. Aus den Platten derselben fliesst

die Phosphorsäure-Natriumsulfat-Lösung ab. In den Rahmen bleibt der Gyps mit den ungelöst gebliebenen Bestandtheilen der Coprolythen zurück und wird da gewaschen; das Waschwasser wird bei späteren Operationen wieder verwandt. Der Gyps enthält nach dem Trocknen 0,3 Proc. löslicher und 2 Proc. Gesammt- P_2O_5 . Die Lösung wird im Vacuum zu obigem wasserlöslichen Salz eingedickt.

100 hk des vorliegenden Coprolythenmaterials ergeben bei dieser Verarbeitung 100 hk Gyps mit 0,3 Proc. löslicher P_2O_5 und 131 hk Superphosphatsalz mit 14,5 Proc. P_2O_5 , also trotz eines Gehaltes von 16 Proc. Fe_2O_3 und 1 Proc. Al_2O_3 im Ausgangsmaterial eine Ausbeute von etwa 90 Proc. an löslicher Phosphorsäure.

Vermischt man den Gyps mit dem Salz, so erhält man ein Product mit etwa 8,3 Proc. löslicher P_2O_5 , das sich hervorragend zur Conservirung des Stalldüngers eignet, denn es binden sowohl freie Phosphorsäure und Monocalciumphosphat, wie auch Natriumsulfat und Gyps den Ammoniakstickstoff.

Durch Ersatz eines Theiles des Bisulfates durch Schwefelsäure ist es möglich, das Superphosphatsalz an löslicher P_2O_5 anzureichern. Die Grenze ist bei 17 Proc. P_2O_5 ; das Salz bleibt darüber schmierig.

Die Anwendung des Verfahrens ist natürlich nicht auf das angeführte Coprolythenmaterial beschränkt. Eine Probe Lahnphosphorit mit 21,5 Proc. P_2O_5 und 19 Proc. $Fe_2O_3 + Al_2O_3$ ergab dieselben Resultate, ähnliche ein eisenreiches belgisches Ortophosphat.

Vienenburg a. Harz.

Verbesserter Extractionsapparat für Rübenuntersuchung.

Von

Max Müller.

Mittheilung aus dem Laboratorium für analyt. und techn. Chemie — Abtheilung für Zuckerfabrikation — der technischen Hochschule zu Braunschweig.

Alle bisher vorgeschlagenen und eingeführten Extractionsapparate zur Rübenuntersuchung haben einen wesentlichen Fehler, der ihren Werth für genannten Zweck sehr beeinträchtigt. Hiervon sind selbst die besten Apparate dieser Art, der neue Scheibler'sche (Stammer Jahresb. 27, 166) und der von Baumann veränderte H. Winter'sche Apparat (Z. Zucker 27, 693) nicht ausgeschlossen,

obgleich dieselben sonst allen Anforderungen genügen. Es ist nämlich bei allen bisher bekannt gewordenen Constructionen mit Schwierigkeiten verknüpft, den Endpunkt der Extraction festzustellen. Zu diesem Zwecke muss die Operation unterbrochen und der Apparat theilweise auseinandergenommen werden. Meist entfernt man den Kolben und ersetzt ihn durch einen anderen, der etwas Spiritus enthält. Nach kurze Zeit fortgesetzter Extraction prüft man dann, ob noch Substanzen, die den polarisierten Lichtstrahl ablenken, ausgezogen wurden. Besser und einfacher ist es, den Endpunkt mit Hülfe der Ihl'schen Reaction auf Zucker festzustellen. Man löst für kurze Zeit die Verbindung zwischen Kolben und Extractionsrohr, fängt einige Tropfen Spiritus in einem Reagirglase auf und prüft mit α -Naphtol und Schwefelsäure. Kein Apparat gestattet es, diese Probenahme auszuführen, ohne die Destillation für kurze Zeit ausser Betrieb zu setzen. Aus diesem Grunde wird in der Praxis auch nicht häufig der Endpunkt der Extraction durch den Versuch festgestellt; man zieht es meist vor, bedeutend länger als erfahrungsmässig nöthig zu extrahiren und nimmt dann den Rückstand ohne Weiteres als zuckerfrei an. Will man aber auf die Prüfung und die hierdurch erlangte Sicherheit verzichten, dann führt man besser die weniger umständliche Alkoholdigestion oder die Alkoholbreipolarisation aus, durch welche man schneller zum Ziele gelangt.

Hier im Laboratorium für Zuckerfabrikation ist seit längerer Zeit ein von mir veränderter Extractionsapparat mit bestem Erfolge im Gebrauche, der es ermöglicht, die auf Zucker zu untersuchende Alkoholprobe jederzeit zu nehmen, ohne die Destillation auch nur einen Augenblick unterbrechen zu müssen. Der Rübenbrei oder die Rübenschitzel sind während der Extraction beständig mit Spiritus bedeckt, der selbe fliesst, genau der Schnelligkeit der Destillation entsprechend, gleichmässig in den Kolben zurück, sodass der Inhalt desselben ruhig und ohne zu stossen siedet.

Aus nebenstehender Abbildung ist die Einrichtung ersichtlich. Wie man bemerkt, ist der neue Apparat durch Umänderung des bekannten Szombathy-Soxhlet'schen Apparates entstanden. An Stelle des Soxhletschen Hebers ist seitlich an dem Extractionsgefäß (A) ein 5 bis 6 mm weites, oben offenes Glasrohr angebracht, welches durch das engere Glasröhren (C) mit dem unteren verjüngten Theile der Extractionsröhre in Verbindung steht. Wird nun das weite Rohr (A) mit dem auszulaugenden Rübenbrei,