

die Phosphorsäure-Natriumsulfat-Lösung ab. In den Rahmen bleibt der Gyps mit den ungelöst gebliebenen Bestandtheilen der Coprolythen zurück und wird da gewaschen; das Washwasser wird bei späteren Operationen wieder verwandt. Der Gyps enthält nach dem Trocknen 0,3 Proc. lösliche und 2 Proc. Gesamt- 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 Orsophosphat.

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 polarisirten Lichtstrahl ablenken, ausgezogen wurden. Besser und einfacher ist es, den Endpunkt mit Hilfe 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 extrahieren 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 Rübenschnitzel sind während der Extraction beständig mit Spiritus bedeckt, derselbe fiesst, 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 Soxhlet'schen Hebers ist seitlich an dem Extractionsgefäss (A) ein 5 bis 6 mm weites, oben offenes Glasrohr angebracht, welches durch das engere Glasröhrchen (C) mit dem unteren verjüngten Theile der Extractionsröhre in Verbindung steht. Wird nun das weite Rohr (A) mit dem auszulaugenden Rübenbrei,

feinen Schnitzeln oder dergl. gefüllt und sodann in bekannter Weise mit Kühler und Alkohol enthaltendem Kolben verbunden und letzterer erwärmt, so füllt sich das Auslaugefass allmählich mit Spiritus. Die Flüssigkeit steigt in dem seitlich angebrachten, oben offenen Glasrohr *B* in die Höhe und fliesst schliesslich durch das enge Glasröhrchen (*C*) in das Destillirkölbchen zurück. Damit die Spiritusdämpfe den Weg nur allein durch *D* nehmen und von hier in den Kühler gelangen, und nicht etwa zum kleinen Theil durch *C* und *D* uncondensirt entweichen, ist das enge Röhrchen *C* schleifenförmig gebogen. Die hier stets zurückbleibende geringe Menge Flüssigkeit bewirkt sicheren Abschluss.

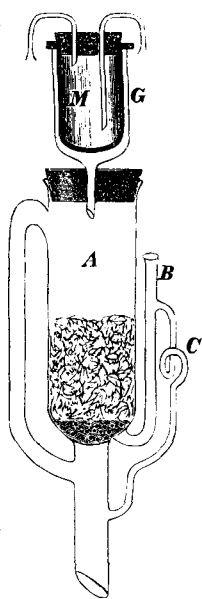


Fig. 108.

Es leuchtet ein, dass die Höhe, bis zu welcher sich das Auslaugefass *A* mit Spiritus füllen kann, bestimmt wird durch den oberen Punkt des Röhrchens *C*. Ein zeitweiliges vollständiges Abhebern des Alkohols und die damit verbundene Unregelmässigkeit des Siedens, wie sich dieses in störender Weise bei dem *Szombathy-Soxhlet'schen* Apparate bemerkbar macht, kann hier natürlich nicht eintreten. Der condensirte Spiritus tropft oben auf den Rübenbrei auf und die alkoholische Zuckerlösung wird nach unten verdrängt. Es ist sehr wesentlich, dass die beschriebene Ein-

richtung des Apparates es gestattet, jederzeit prüfen zu können, ob die Extraction beendet ist oder noch fortgesetzt werden muss. Man braucht nur mittels eines engen Glasröhrchens oder einer kleinen Pipette in das an den Extractionskörper angeblasene weite Glasrohr *B* einzutauchen und wenige Tropfen Spiritus zu entnehmen. Diese werden in einem Reagirglase mit etwas Wasser und einigen Tropfen einer alkoholischen Lösung von α -Naphthol versetzt und sodann concentrirte Schwefelsäure hinzugefügt. Tritt nur noch nach einiger Zeit eine schwache Rosafärbung auf, so kann man die Extraction als beendet betrachten und die Destillation unterbrechen. Um nun die in dem Extractionsrohr noch befindliche Menge Alkohol in den Destillirkolben zu bekommen,

braucht man nur mit dem Finger oder einem Stopfen das oben offene Glasrohr *B* zu schliessen; sofort hebert die gesammte Flüssigkeit aus *A* durch *C* in den Kolben über.

Zum Schlusse noch einige Worte über die für die Extractionsapparate dieser Art geeignetsten Rückflusskühler.

Meist im Gebrauche und auch in fast allen Lehrbüchern für diesen Zweck empfohlen und abgebildet ist der Liebig'sche Kühler. Derselbe muss jedoch, wenn der ganze Apparat die nöthige Stabilität haben soll, durch eine besondere Klammer festgehalten werden. Dadurch aber erlangt die ganze Zusammenstellung eine unbequeme Höhe und die einzelnen Theile zu geringe Beweglichkeit; die Stange der gewöhnlichen Laboratoriumsstative ist hierfür viel zu kurz. Weit besser als der Liebig'sche Kühler bewährt sich der Soxhlet'sche Metallkühler, der durch keine Klammer gehalten zu werden braucht und ganz ausgezeichnet kühlt. Vorzüglich geeignet für diesen Zweck ist ferner der Walther'sche Rückflusskühler (Dingl. 251, 367), der in etwas abgeänderter Form hier im Laboratorium für die Extractionsapparate im Gebrauche ist. In dem unten verjüngten und durch Kork mit dem Extractionsrohr verbundenen Glasrohr hängt, mit dem umgebogenen Rande auf der Glaswandung aufliegend, ein einseitig geschlossenes dünnwandiges Messingrohr, welches durch Glasröhren, die durch Gummikork mit dem Metallrohre verbunden sind, das Kühlwasser empfängt. An der kalten Metallfläche werden die Alkoholdämpfe ausserordentlich schnell condensirt und tropfen durch das Glasrohr in den Extractionskörper zurück.

Der beschriebene Apparat dürfte auch noch für andere als Rübenbreiextraktionen von Werth sein.

Zu beziehen ist derselbe von der Firma Fr. Timme & Comp., Braunschweig.

Zur

Bestimmung des Kaliums als Perchlorat.

Von

Dr. W. Wense.

Im vorigen Jahrgange dieser Zeitschrift (S. 691) hatte ich gezeigt, wie die Methode der Bestimmung des Kaliums mittels Perchlorsäure, welche von den Chemikern immer wieder als unbrauchbar bei Seite gelegt war, durch eine kleine Abänderung der ursprünglichen Arbeitsweise zu einem sehr genauen