

Metallener Innen-Rückflusskühler.

Von

Prof. Ed. Donath.

Die Unannehmlichkeiten, welche mit der Anwendung des zumeist gebrauchten und auch in den Lehrbüchern vorzugsweise abgebildeten Liebig'schen oder eines ähnlichen Kühlapparates als Rückflusskühler bei Destillationen oder Extraktionen verbunden sind, sind bekannt. Man braucht

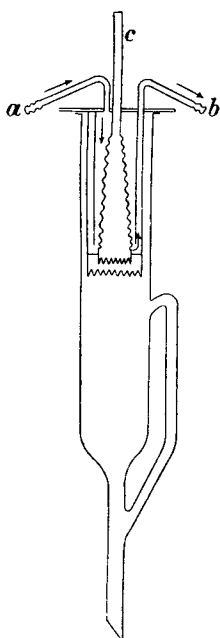


Fig. 162.

zur Verbindung wieder zwei Kork- oder Kautschukstopfen, zur Aufstellung abermals ein sehr hohes Stativ und die ganze Combination erhält dadurch zu wenig Beweglichkeit und eine unbequeme Höhe. Bedeutendere Vortheile gewährt in dieser Richtung der vortrefflich functionirende metallene Kugelkühler von Soxhlet, und jüngst hat Max Müller (d. Z. 1892, 233) einen speciell für weingeistige Rübenbreiextraktion angewendeten, noch einfacheren Metallkühler beschrieben. Bei den zuletzt genannten Apparaten ist jedoch noch mindestens eine Korkstopfenverbin-

dung nothwendig und zudem tropft oder fließt das condensirte Extractionsmittel nur in der Mitte durch das verhältnissmässig enge Rohr des Kühlers auf die zu extrahirende Substanz zurück, was bei manchen Substanzen nicht angenehm ist. Die Idee der schon 1884 (Dingl. 251, 369) von Joh. Walter beschriebenen gläsernen Kühlröhren benutzend, habe ich nun metallene Rückflusskühler construirt, welche die geschilderten Nachtheile nicht besitzen.

Die Extractionsapparate sind in ihrem weiteren Rohrtheile etwas länger als gewöhnlich und oben ganz eben abgeschliffen.

Das Glasrohr, durch welches die aus dem siedenden Extractionsmittel sich entwickelnden Dämpfe nach aufwärts gelangen, mündet in den Extractionsapparat unterhalb des in diesen eingesetzten Kühlers ein, so dass die aufsteigenden Dämpfe die ganze Aussen- und Innenfläche desselben treffen. Der Kühler wird mit seinem oberen, ebenfalls sorgfältig abgeschliffenen Metallring einfach in das Extractionsrohr (mit abgeschliffenen Rändern) hineingehängt. Er besteht, wie aus der Zeichnung ($\frac{1}{5}$ der natürlichen Grösse) ersichtlich ist, aus zwei hohlen in einander steckenden Cylindern aus dünnem, eventuell vernickeltem Messingblech. In der Mitte des Kühlers steckt der aus gewelltem Blech erzeugte Dephlegmationsconus, welcher in ein enges Metallrohr *c* ausgeht. Durch das gebogene Metallröhrchen *a* fließt kaltes Wasser in den Kühler, welches den Dephlegmationsconus umspült, dann in den äusseren Ring aufwärts steigt und durch das Metallröhrchen *b* abfließt. Die Condensation der aufsteigenden Dämpfe erfolgt sowohl innerhalb des inneren Dephlegmationsconus, als an der äusseren Mantelfläche des Metallcylinders. Die condensirte Flüssigkeit fließt über die zwei schmalen offenen Blechhülsen, von denen eine in den inneren Conus hineingesteckt, die andere über den äusseren Cylinder aufgesteckt wird, und tropft von den Zacken dieser zwei Hülsen herunter. Die Condensation ist, guter Abschiff des gläsernen Extractionsrohres und des dickeren Messingringes des Kühlers vorausgesetzt, eine vollständige; bei Anwendung von Äther als Extractionsmittel empfiehlt es sich, an das von dem inneren Conus abgehende Metallröhrchen *c* ein Stückchen Kautschukschlauch und in diesen ein Stück Glasrohr hineinstecken, bei hinreichend kaltem Kühlwasser ist jedoch auch dieses nicht nothwendig. Zur Aufstellung des Extractionsapparates ist bei Anwendung dieses Kühlapparates nur ein Halter nothwendig, welcher das Extractionsrohr hält.

Ich habe mir von solchen Rückflusskühlern ganz ähnliche von etwas kleinerem Durchmesser anfertigen lassen, welche bis auf die zwei messingenen gezackten Hülsen aus Glas sind und die mittels eines darüber gezogenen Stückes weiten Kautschukschlaches oder

eines Korkringes in den Extractionsapparat hineingesteckt werden.

Der beschriebene Metallkühler wird von dem hiesigen Mechaniker Paul Böhme, Antonsgasse, gefertigt.

Brünn, chemisch-technol. Laboratorium der technischen Hochschule.

Beitrag zur directen Verarbeitung eisenreicher Phosphate.

Von

L. Schucht.

Im Anschlusse an meine Abhandlung (d. Z. 1891, 667) theile ich nachstehend eine Vervollkommnung des darin beschriebenen Reduktionsverfahrens mit.

Gemahlener Phosphorit von beliebig hohem Eisengehalt wird mit soviel 60grädiger Schwefelsäure aufgeschlossen, dass nach vollständiger Zersetzung desselben ein flüssiger Brei entsteht. Nach erfolgter Reduction des darin in Lösung befindlichen Eisenoxyds durch Schwefligsäure ist dieser stark saure Superphosphatbrei zwecks weiterer Verarbeitung festzumachen, und gelingt dies durch Zusatz von schwefelsaurem Ammoniak, welches sich zum Theil, abhängig von der Menge vorhandener freier Phosphorsäure, hierbei in das saure Salz und in zweifachsaures phosphorsaures Ammoniak umsetzt. Theurer als das schwefelsaure Ammoniak ist die Verwendung des kohlen-sauren Salzes bez. des kohlen-sauren Kalis und auch schwieriger, insofern man beim Abstumpfen der freien Phosphorsäure grosse Vorsicht zu gebrauchen hat, da hier ebenfalls das zweifachsaure Salz entstehen muss, welches zur Haltbarkeit des sauren Eisenoxydulphosphats durchaus nöthig ist; ferner sind die Kalisulfate und unter diesen hauptsächlich die hochprocentigen als geeignete Beimischungen zu nennen. Auch die Natronsalze, denen nach den neuesten Mittheilungen von P. Wagner eine höhere Bedeutung als Nährstoff zukommt, als man bisher annahm, können angewandt werden; so lange aber noch kein Geldwerth für das Natron eingesetzt ist, vertheuert ein solcher Zusatz das Fabrikat nur unnöthig.

Die Aufschlussresultate sind sehr günstige; ein Beispiel: 800 g Phosphorit mit 14,0 Proc. Fe_2O_3 , 2,1 Proc. Al_2O_3 und 30,4 Proc. P_2O_5 wurden mit 712 g 60grädiger Schwefelsäure in der Wärme vollständig aufgeschlossen. Die vorhandenen 112 g Fe_2O_3 bedürfen zur Oxydulbildung 45 g $\text{SO}_2 = 16,5 \text{ l}$ von 15°,

die dabei 88 g 60grädige Schwefelsäure entstehen lassen; angewandt wurde 0,5 l kaltes Wasser mit 26 l SO_2 . Bei diesem Aufschlusse waren nach erfolgter Reduction 100 g 60grädige Säure im Überschuss bez. war freie Phosphorsäure entstanden, die zur Bildung von NH_4HSO_4 und $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ rund 175 g 24,5 Proc. schwefelsaures Ammoniak beansprucht. Es ist nun aber hiervon noch ein weiterer Zusatz erforderlich, wobei man zu berücksichtigen hat, dass bei der Zersetzung des phosphorsauren Eisenoxyds $\frac{1}{3}$ dieses Eisenoxyds in saures Phosphat und $\frac{2}{3}$ in Sulfat verwandelt werden und nur letzteres als Oxydul für die Doppelsalzbildung in Betracht kommt; dieser Zusatz beträgt für unser Phosphat rund 129 g. Es sind also im vorliegenden Falle mindestens 304 g schwefelsaures Ammoniak beizumischen und wog, mit 310 g hergestellt, die trockne Mischung 2060 g, in welcher ermittelt wurden: nach 24 Stunden neben 3 Proc. N 11,8 Proc. Ges. u. 11,6 Proc. w. l. P_2O_5 , nach 10 Wochen 11,5 Proc. Ges. u. 11,1 Proc. w. l. P_2O_5 .

Die Ausführung der Reduction, welche hier nur berührt werden soll, macht keine Schwierigkeiten. Wie die Absorption der Schwefligsäure durch Schwefelsäure, so ist auch die durch den stark phosphorsauren Superphosphatbrei eine geringe und bei erhöhter Temperatur sogar gleich Null. Obige Mischung nahm bei gewöhnlicher Temperatur nur 1 g SO_2 auf; setzte man 18 cc Wasser hinzu, so wurden 2,1 g SO_2 absorbirt u. s. w. und war 0,5 l Schwefligsäurewasser erforderlich um die nöthigen 55 g SO_2 auf das Eisenoxyd zur Einwirkung zu bringen. Diese grosse unbequeme Wassermenge zur Einführung der Schwefligsäure wird eingeschränkt, wenn man schwefligsaure Salze, deren Verwendung eine Vereinfachung der Fabrikation mit sich bringt, insofern dieselben gleichzeitig zur Reduction des Eisenoxyds und zur Bindung überschüssiger Säure dienen, oder flüssige Schwefligsäure benutzt, die in diesem Zustande mit dem Superphosphatbrei zu mischen ist. Wird die gasförmige Schwefligsäure schon bei 3 At. Druck flüssig, so ist bei 100° Temperatur, die in Folge schneller Compression bei reichlich vorhandener Schwefligsäure entsteht, so dass künstliche Erwärmung des Reduktionsapparats fortfallen kann oder nicht wesentlich in Anspruch genommen wird, ein höherer Druck nöthig; es tritt, da die kritische Temperatur von 160° nicht erreicht wird bez. vermieden werden muss, in dem flachen Reduktionsapparate eine solche Verdichtung der Schwefligsäure ein bez. bleibt angewandte flüssige Schwefligsäure zum grössten Theile flüssig.