

Zeitschrift für angewandte Chemie.

1893. Heft 8.

Über die Verwendung von Glycerin als Heizflüssigkeit im Soxhlet'schen Trockenapparate.

Von

Prof. Dr. Karl Seubert in Tübingen.

Vor etwa zwei Jahren hat Herr Prof. F. Soxhlet einen Trockenapparat beschrieben (d. Z. 1891 S. 363), dessen wesentliches Prinzip in dem Überleiten eines starken Stromes von erhitzter Luft über die in einem Raume von gleicher Temperatur befindliche Substanz beruht, wodurch ein sehr viel rascheres Trocknen erzielt wird als mittels der seither üblichen Trockenverfahren. Das Erhitzen des Trockenraumes, sowie der ihn durchströmenden Luft geschieht bei Soxhlet's Apparat durch ein Bad von gesättigter Kochsalzlösung vom Siedepunkt 107° , wobei der austretende Luftstrom eine nahezu constante Temperatur von 102 bis 103° zeigt.

Bei einem für das hiesige chemische Institut bezogenen Apparate¹⁾ entstanden nun nach verhältnissmässig kurzem Gebrauche undichte Stellen, die sich durch Ausblühen von Kochsalz verriethen und nach und nach an Umfang zunahmen. Beim Entleeren des Apparates zeigte sich in der Salzlösung ein nichtunerheblicher krystallinischer Bodensatz, der im Wesentlichen aus Chlorblei bestand. Der Apparat wurde hier in Reparatur gegeben und sodann wieder in Gebrauch genommen, jedoch schon in kurzer Zeit abermals undicht. Diesmal hatte sich in der Kochsalzlösung ein Schlamm gebildet, der vorwiegend Zinn und Blei, daneben aber auch Kupfer und kleine Mengen von Zink und Eisen enthielt. Es hatte demnach eine sehr unerwünschte Einwirkung der siedenden Salzlösung auf das Metall des Apparates und zwar vorwiegend auf die Löthstellen stattgefunden, ohne Zweifel infolge des galvanischen Contacts der verschiedenen Metalle mit dem Elektrolyten.

Dies legte den Wunsch nach einer Heizflüssigkeit nahe, die gleich der Salzlösung

den Vortheil eines genügend hohen und constanten Siedepunktes, sowie der Feuersicherheit bieten, zugleich aber Indifferenz gegen Metalle besitzen, also kein Elektrolyt sein sollte. Von der Anwendung des Toluols (Sdp. 110°) musste der leichten Entzündlichkeit wegen von vornherein Abstand genommen werden, namentlich angesichts der zur Füllung erforderlichen bedeutenden Menge. Dagegen schien sich im Glycerin eine Heizflüssigkeit zu bieten, die den genannten Anforderungen entspricht.

G. Th. Gerlach²⁾ hat 1884 eine Tabelle über die Siedepunkte der Gemische von Glycerin mit Wasser veröffentlicht, der die nachstehenden, hier etwa in Frage kommenden Werthe entnommen sind:

Glyceringehalt der Lösung in Proc.	Spec. Gewicht bei 15° gegen Wasser von 15°	Siedepunkt bei 760 mm Druck
70	1,1850	113,6
65	1,1710	111,3
60	1,1570	109
55	1,1430	107,5
50	1,1290	106
45	1,1155	105
40	1,1020	104
35	1,0885	103,4
30	1,0750	102,8

Für den vorliegenden Zweck erschien eine 60 proc. Lösung, deren Siedepunkt nach der Tabelle bei 109° liegt, geeignet. Dieselbe wurde erhalten durch entsprechendes Verdünnen des officinellen Glycerins (vom spec. Gew. 1,225 bis 1,235 oder 84,5 bis 88 Proc. Glyceringehalt) mit Wasser. Zum Füllen des Apparates bis an die angebrachte Marke sind rund 7 l oder 8,5 k Glycerin der gewünschten Concentration von 60 Proc. erforderlich. Dies verlangt 5,1 k wasserfreies Glycerin, entspr. 6 k Glycerin von 85 Proc., die mit 2,5 l Wasser verdünnt und in den Apparat eingefüllt wurden.

Die Erhitzung geschah zunächst durch einen Reihenbrenner von sechs flachen Flammen, von denen jedoch, sobald das Thermometer beim Rohrstutzen annähernd 100° zeigte, drei gelöscht und die übrigen so nieder gedreht wurden, dass die Flüssigkeit

¹⁾ Von Johannes Greiner in München geliefert.

²⁾ Chem. Ind. 1884 No. 9; refer. in Z. f. anal. Chem. 24 S. 110.

eben hörbar siedete und im Wasserstandsrohre ein leichtes Auf- und Abwogen des Flüssigkeitsspiegels zu bemerken war. Die Kugel des aufgesetzten Soxhlet'schen Kühlers zeigte sich dann in ihrer oberen Hälfte kaum warm, auch entwichen keine Wasserämpfe aus demselben. Zum Zweck genauerer Beobachtung dieses Verhaltens wurde auf den kurzen Rohransatz des Kugelkühlers mittels eines Korkes ein Glasrohr aufgesetzt, das zur Verlangsamung des Gasstromes in seiner Mitte bauchig erweitert war (eine ausgediente Pipette von 25 oder 50 cc Inhalt, von der die Auslaufspitze abgeschnitten wird, erfüllt diesen Zweck in einfacherster Weise). Man leitet nun die Erhitzung so, dass sich höchstens in dem unteren engen Theile des Glasrohres ein Anflug von Wassertröpfchen bildet, nicht aber in der mittleren erweiterten Partie.

In den zwei ersten Tagen des Heizens sank die Siedetemperatur des Gemisches um 1 bis 2°, blieb aber von da ab sich gleich. Jetzt, nach zweimonatlichem Gebrauche, zeigt ein durch den Ansatz für den Kühler eingetauchtes Thermometer in der siedenden Flüssigkeit 108 bis 109°, der austretende Luftstrom beim Schornstein aber 104°, mit Schwankungen von kaum einem halben Grad nach oben oder unten, wenn die Flüssigkeit durch starke Veränderungen im Gasdruck in lebhaftes oder in sehr gelindes Sieden gerath.

Die Glycerinlösung hat bis jetzt keine nennenswerthe Änderung in Farbe oder Geruch erfahren, was erwarten lässt, dass sie längere Zeit ihren Dienst leisten kann. In diesem Falle würden die Kosten der erstmaligen Füllung (etwa 7 M.) nicht zu schwer in's Gewicht fallen gegenüber dem Vortheil, dass durch Schonung der Löthstellen Reparaturen vermieden werden, die bei diesem Apparate meistens einen geschickten Arbeiter verlangen. Auch fällt das nicht selten stattfindende Ausblühen von Kochsalz aus dem Wasserstandsrohre weg.

Wie directe Versuche gezeigt haben, lässt sich eine Glycerinlösung der angegebenen Concentration erst nach längerem Sieden entzünden und die brennende Flüssigkeit wird durch Zugießen von neuer Lösung sofort gelöscht, so dass selbst dann, wenn durch ein Ausbleiben des Kühlwassers ein Überkochen aus dem Kühler oder Niveaurohr stattfindet, eine ernste Feuersgefahr nicht vorliegt.

Zum Schlusse möchte ich noch erwähnen, dass es sich empfiehlt, auf das eiserne Fussgestell des Apparates zunächst ein starkes Aluminiumblech von der erforderlichen Grösse zu legen und erst auf dieses den kupfernen

Kasten zu setzen; es wird hierdurch der Boden desselben vor dem Durchbrennen geschützt und sehr gleichmässig erwärmt, während das Aluminiumblech durch die directen Flammen keine nennenswerthe Veränderung erleidet.

Destillationsapparate, Dampfmaschinen und Dampfverbrauch der Ammoniaksoda-fabrikation.

Von

H. P. Fassbender.

[Fortsetzung von S. 174.]

Um den hauptsächlichsten Wärmeprocessen, welche sich beim Betriebe vorstehend beschriebener Apparate abspielen, ziffermäßig nähertragen zu können, werden nachbezeichnete Annahmen gemacht, welche mit der Wirklichkeit hinreichend genau übereinstimmen, um ein für die Praxis brauchbares Bild zu liefern.

1. Die Wärmemenge, welche in 1 l Soole oder Mutterlauge oder Kalkmilch eine Temperatursteigerung von 1° hervorbringt, wird zu 0,95 W.-E. angenommen, wobei das während des Proesses zufließende, verdünzend wirkende Condensat mit der spec. Wärme = 1 besonders berechnet wird.

2. Durch die Absorption von 1 k gasförmigem Ammoniak werden 500 W.-E. frei, durch die Absorption von 1 k Kohlensäure werden 127 W.-E. frei¹⁾.

3. Die beim Vermischen von normaler Mutterlauge mit normaler Kalkmilch in den beim Betrieb üblichen Mengenverhältnissen (und ohne Condensat) sich abspielenden Zersetzung- und Absorptionsvorgänge bewirken in der Mischung eine Temperaturerhöhung von 4°, wenn das Entweichen von gasförmigem Ammoniak vermieden wird. (Andernfalls dient ein Theil der Wärme zur Verflüchtigung genannten Gases.)

4. Zur Abdestillirung gelangen täglich rund 81 cbm = 3375 Stundenliter Mutterlauge und erfordern diese 1375 Stundenliter Kalkmilch.

5. Die Temperatur der Mutterlauge beträgt im Winter beim Eintritt in das Spiralrohr der Colonne 16° und im Sommer 25°. Die Kalkmilch wird der Destillation mit einer Temperatur von 90° zugeführt; zu dieser Erwärmung dient der Betriebsdampf des Rührgebläses bez. directer Kesseldampf. Die dazu nothwendige Dampfmenge erscheint in Tabelle V aufgenommen.

¹⁾ Nach Müller, Pouillet u. Pfaundler: Lehrbuch der Physik II b. 1879. Nach Favre, Silbermann u. Berthelot entwickelt unter normalem Druck das Volumen $22,3 l (1 + \alpha t) = 17 g$ Ammoniak bei der Absorption 8,8 W.-E., 1 k also 517,6 W.-E. Die Differenz ist für unsere Rechnung von keinem Belang.