

Das mit dem Namen „Filtros“ bezeichnete Filter, nach den Patenten von J. E. Porters, Syracuse N. J.¹⁷⁹⁾ gebaut, besteht aus fast reiner, künstlich gefällter Kieselsäure. Die üblichste Form sind Platten von $30,5 \times 0,5 \times 3,8$ cm. Es soll besonders geeignet sein für Diaphragmen bei der Elektrolyse, zum Filtrieren nicht zu starker Säuren und nicht zu starker alkalischer Flüssigkeiten, dann aber auch infolge seiner Beständigkeit gegen hohe Temperaturen zur Filtration heißer Röstgase oder Generatorgase.

Bei dem Flüssigkeitsfilter von Stuart L. Crawford, Rochester, V. St. A.¹⁸⁰⁾ ist in dem Deckel 12 (Fig. 36) des Filterkastens 1 ein Verteilungs- oder Verpackungsring 3

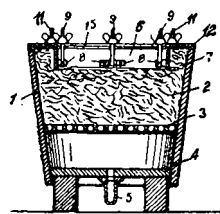


Fig. 36.

angeordnet. Dieser hat einen geringeren Querschnitt als der Kasten, ist an beiden Enden offen und am Deckel lösbar befestigt. Mittels Klappschrauben 11 drückt der Ring das Filtriermaterial nieder. Wird die Vakuumpumpe an den Stützen 5 angeschlossen, so wird die Flüssigkeit durch das Filtermaterial 2 gesaugt. Da sie sich nur in dem Behälter 6 befindet, kann sie nur von hier durch den Boden der Behälter in das Filtermaterial dringen. Es kann also keine Flüssigkeit, ohne daß sie das Filtermaterial passiert, mit den Seitenwänden des Filterkastens in Berührung kommen. [A. 20.]

Gewinnung von Eisessig aus wässriger Essigsäure.¹⁾

Von Dr. EUGEN GALITZENSTEIN.

(Eingeg. 18./2. 1916.)

Bei den üblichen Verfahren zur Erzeugung von Essigsäure wird diese meist in Form ihrer wässrigen Lösung erhalten. Um daraus die wasserfreie Essigsäure (Eisessig) zu gewinnen, wurde bisher die wässrige Säure der Fraktionierung in Kolonnenapparaten unterworfen. Man erzielt jedoch auf diese Weise keine quantitative Trennung von Wasser und Essigsäure. Selbst wenn man von verhältnismäßig hochkonzentrierten Lösungen von Essigsäure ausgeht, kann man nur einen Teil der letzteren in Form von Eisessig gewinnen; daneben erhält man nicht unerhebliche Mengen von verdünnten Vorläufen, welche wegen ihres geringen Essigsäuregehaltes nur schwierig verwertbar sind. Liegen dagegen von vornherein verdünnte Essigsäurelösungen vor, so gestaltet sich die Fraktionierung der letzteren so wenig vorteilhaft, daß man meist darauf verzichtet, verdünnte Lösungen auf Eisessig zu verarbeiten.

Das D. R. P. 28064 von Theodor Göhring stellt einen Versuch dar, die Überführung von wässriger Essigsäure in Eisessig nach einer anderen Methode, durch Ausschüttlung der Essigsäure mittels in Wasser schwer löslicher Extraktionsmittel zu bewirken. Nach den Angaben der Patentschrift sollen in Wasser schwerlösliche Alkohole, Äther oder Ester dazu benutzt werden, um wässrige Essigsäure in systematischer Weise, d. h. mit Hilfe des Gegenstromprinzips, zu extrahieren. Die gewonnene Extraktlösung wird dann der fraktionierten Destillation unterworfen. Das abdestillierte Lösungsmittel kehrt in den Betrieb zurück, während im Rückstande konzentrierte Essigsäure verbleibt.

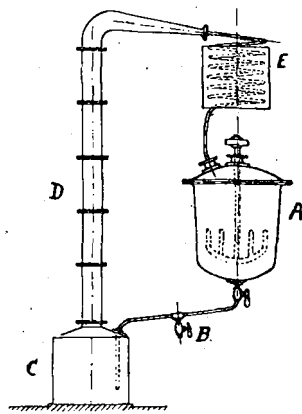
Technische Bedeutung hat das Göhringsche Verfahren nicht erlangt, da es wohl eine wasserarme Essigsäure, nicht aber Eisessig liefert. Der Erfinder selbst bemerkt in der Patentschrift: „Die Säure enthält jedoch den Anteil Wasser, welchen das Extraktionsmittel aufgenommen hatte. Beabsichtigt man daher die Darstellung einer sehr konzentrierten Essigsäure, so muß dieses aufgenommene Wasser

vor der Destillation durch Behandlung mit wasserentziehenden Substanzen ($MgCl_2$, $CaCl_2$, $MgSO_4$ u. dgl.) entfernt werden“. Die Anwendung der wasserentziehenden Substanzen bedeutet jedoch eine erhebliche Komplikation; überdies hat eine Nachprüfung ergeben, daß auch durch diese Maßnahme das angestrebte Ziel nur unvollständig erreicht wird.

Ich habe an Stelle der von Göhring vorgeschlagenen Alkohole, Äther oder Ester andere in Wasser schwerlösliche Extraktionsmittel zur Gewinnung der Essigsäure aus ihren wässrigen Lösungen benutzt. Besonders günstige Resultate konnte ich mit niedrig siedenden Chlorkohlenwasserstoffen, wie Chloroform oder symmetrischem Dichloräthylen, $CHCl = CHCl$, erzielen. Auch niedrigsiedende Kohlenwasserstoffe, wie Benzol oder Petroläther, erwiesen sich als brauchbar. Sehr vorteilhaft gestaltet sich der Extraktionsverlauf, wenn nicht rein wässrige, sondern salz- oder mineralsäurehaltige Essigsäurelösungen zur Ausschüttlung gelangen.

Zur systematischen Extraktion benutzte ich die in der Figur wiedergegebene Anordnung.

A ist ein Rührapparat, in dem die wässrige Essigsäure mit dem Extraktionsmittel innig durchgemischt wird. Das letztere fließt dann, nachdem es eine entsprechende Menge Eisessig aufgenommen hat, je nach seinem spezifischen Gewicht oben oder unten ab und gelangt durch die Leitung B in die Destillationsblase C, welche mit einem Kolonnenaufsatz D und einem Kühler E in Verbindung steht. Durch die Kolonne erfolgt die Scheidung in Eisessig einerseits, der in der Destillationsblase zurückbleibt, und in das Lösungsmittel andererseits, welches durch den Kühler E in das Rührgefäß A gelangt, um dort von neuem mit der wässrigen Essigsäure in Berührung gebracht zu werden. Auf diese Weise macht das Lösungsmittel einen ununterbrochenen Kreisprozeß durch, welcher so lange fortgesetzt wird, als noch erhebliche Essigsäuremengen aus dem Rührgefäß in die Destillationsblase transportiert werden.



Die Wirksamkeit des Extraktionsverfahrens bei Anwendung niedrig siedender Chlorkohlenwasserstoffe erhellt aus den beiden folgenden Beispielen:

1. 156 kg Calciumacetat (100%ig) werden mit der äquivalenten Menge konzentrierter Salzsäure umgesetzt. Die erhaltene Lösung, welche neben Chlorcalcium Essigsäure, letztere in einer Konzentration von ca. 33%, enthält, wird in einer Anlage ähnlich der oben skizzierten mit 250 l Chloroform behandelt. Man verfolgt den Verlauf der Extraktion, indem man von Zeit zu Zeit aus der Leitung B Proben entnimmt und den Essigsäuregehalt durch Titration ermittelt. Sobald die ablaufende Lösung keine erheblichen Mengen Essigsäure mehr aufweist, unterbricht man die Extraktion und läßt das aus dem Kühler ablaufende Chloroform nicht mehr in das Rührgefäß, sondern in eine besondere Vorlage fließen. Nachdem alles Chloroform übergetrieben ist, hinterbleibt in der Destillationsblase reiner Eisessig. Sein Gehalt beträgt nach der Titration 99,6%, seine Menge entspricht über 90% vom Ausgangsmaterial. In der wässrigen Lösung fanden sich noch $3,8 \text{ kg} = 3,1\%$ Essigsäure. Der Rest ist, auch in wasserfreier Form, im abdestillierten Chloroform enthalten und wird, ebenso wie das Lösungsmittel selbst bei der nächsten Operation verwendet.

2. 300 kg einer schwefelsauren Essigsäurelösung, welche von einer elektrolytischen Essigsäuredarstellung stammten und einen Gehalt von ca. 70% Essigsäure und ca. 7% H_2SO_4 besaßen, wurden der kontinuierlichen Extraktion mit 250 l Dichloräthylen unterworfen. Nach Beendigung der Operation waren in der zurückbleibenden verdünnten Schwefelsäure noch 2,35% Essigsäure (auf die in der Anfangslösung enthaltene Menge bezogen). An absolutem Eisessig wurden wieder über 90% erhalten. [A. 26.]

¹⁷⁹⁾ Metallurg. Chem. Eng. 12, 537–538; Angew. Chem. 28, II, 94 [1915].

¹⁸⁰⁾ D. R. P. 238 270; Angew. Chem. 28, II, 608 [1915].

¹⁾ Aus dem Laboratorium des Konsortiums für elektrochemische Industrie G. m. b. H. Nürnberg.