III. Apparat zur Darstellung des Phosphorsäureanhydrids ;

von *A. Graf Grabowski*.

Für die Darstellung größerer Mengen Phosphorsäureanhydrids haben die bekannten Apparate, namentlich der von Delalande, so viel Unbequemes und Umständliches, daß die Beschreibung einer Vorrichtung, die ihren Zweck besser erfüllt, Vielen vielleicht nicht unwillkommen ist.

Eine solche muß eine leichte und schnelle Erneuerung der Luft gestatten, ein Abnehmen oder Ueberfüllen der Säure in das Sammelgefäß umgehen, möglichst einfach zu handhaben und unzerbrechlich sein.

Die von mir construirte leistet das Verlangte : es lassen sich darin continuirlich beliebige Mengen Phosphor verbrennen und man erhält in kürzerer Zeit eine reichlichere Ausbeute, als nach den anderen Methoden.

In Figur 2 auf Tafel I ist *a* eine unten offene Trommel, 14 Zoll hoch und 12 Zoll weit, aus verzinnem, hart gelöthetem Eisenblech. Sie wird an einem vorspringenden Rande von einem hölzernen Gestell getragen und hat oben einen innen geknickten, etwa 1 Zoll weiten Schornstein *b*, den man während der Verbrennung mittelst eines durchbohrten Korkes *c* verengern kann. *d* ist ein kupferner Löffel, dessen eiserner Stiel in einem Holzpfropfen *e* festgesteckt ist. Dieser seinerseits paßt in die viereckige $1\frac{1}{2}$ Zoll weite Tubulatur *f* der Trommel *a*.

g ist ein Glasgefäß, in das ein weitmündiger, blecherner Trichter *h*, der oben etwa $\frac{1}{4}$ Zoll weiter ist als die Trommel, genau paßt.

Durch Wegnahme des Brettchens *i* kann die Spalte zwischen *a* und *h* vergrößert werden, wenn die entsauerstoffte Luft, die dann bei *c* entweicht, erneuert werden soll.

Beim Beginn der Operation wird der Löffel mittelst einer Spirituslampe erhitzt und der in die Glasbüchse hineingepasste Trichter möglichst schließend an die Trommel gestellt.

Der in Stücke geschnittene, gut abgetrocknete Phosphor wird jetzt mit einer Zange eingetragen, indem man den heißen Löffel am Pfropfen fassend der Tubulatur nähert, ein Phosphorstück hineinlegt und den Löffel in seine frühere Lage zurückbringt.

Der Gang der Verbrennung kann von Zeit zu Zeit durch die Tubulatur beobachtet werden. Den Luftzutritt regelt man mittelst Senkung des Trichters und Lüftung des Korkes im Schornstein.

Nur Anfangs, bevor die Trommel warm geworden ist, quillt etwas Dampf aus der Spalte zwischen Trichter und Trommel; die aus dem Schornstein austretende Dampfmenge ist, wenn man mit der Erneuerung der Luft wartet bis der Phosphor abgebrannt ist, ganz unbeträchtlich.

Arbeitet man bei trockenem Wetter, so ist das Product immer pulverig und läßt sich leicht und vollständig mit den Händen in das Glasgefäß herunterklopfen, das man durch ein zweites ersetzt, wenn das erste gefüllt ist.

Die theoretische Ausbeute wird bei keiner der bekannten Methoden erreicht; nach der hier beschriebenen ist sie um mehrere Procente größer als sonst, wie die Menge des im Löffel hinterbleibenden rothen Phosphors eine ganz geringe ist.