

Zeitschrift für angewandte Chemie.

1888. Heft 17.

Die Boraxfabrication aus Boronatrocalcit.

Von
Dr. F. Witting.

Die veralteten und dürftigen Angaben, die sich in den technischen Lehrbüchern über diese Fabrication finden, welche trotzdem von hervorragender technischer Wichtigkeit geworden ist, wie der stets steigende Verbrauch von Borax und Borsäure beweist, haben mich veranlasst, die während meiner mehrjährigen Praxis als Leiter von Boraxwerken gesammelten Erfahrungen in nachstehender Arbeit niederzulegen, soweit sich dies mit den Rücksichten verträgt, welche ich auf Fabrikgeheimnisse, bez. nicht allgemein bekannte Verbesserungen in mir bekannten, bestehenden Fabriken, zu nehmen habe.

Der sämmtliche in Deutschland producirte und verbrauchte Borax wird jetzt fast ausschliesslich aus dem Boronatrocalcit gewonnen. Das ungerechte Vorurtheil, welches jahrelang dem in den Hamburger Raffinerien erzeugten Borax entgegengebracht wurde, ist nunmehr glücklich überwunden. Noch vor wenigen Jahren musste es immer die englische Marke „Wood“ sein, wenn eine vorzügliche Waare verlangt wurde, obgleich die beiden älteren Hamburger Fabriken von Hell & Sthamer und Morgenstern Bigot & Co. einen, was Reinheit und Äusseres anlangte, ebenso guten Borax herstellten. Die englische Marke wurde immer einige Mark theurer bezahlt, als die gleich gute Hamburger Waare. — Sei es nun, dass die Consumenten endlich ihr Vorurtheil aufgegeben haben und das deutsche Nationalgefühl hier wie in so vielen anderen Zweigen der Industrie zum Durchbruch gekommen ist und fördernd gewirkt hat, sei es, dass durch Gleichheit in der Aufmachung und Verpackung mit der englischen Marke, sowie durch erhöhte Aufmerksamkeit, die dem Äusseren der Waare gewidmet wurde, die freudige Folge ist, dass die englische Einfuhr auf ein Minimum zurückgegangen ist, ja selbst deutscher Borax in England Eingang gefunden hat und auch nach allen Ländern der Welt ausgeführt wird.

Vier grosse Hamburger Raffinerien sind

jetzt im flotten Betriebe, um die grossen Mengen Boronatrocalcit zu bewältigen, die von Südamerika nach Hamburg verschifft werden. Im Jahre 1887 wurden von Chile nach Hamburg direct verladen: 5 743 400 k entsprechend einem Werth von 1 300 910 Mk., von Argentinien: 627 200 k entsprechend einem Werth von 158 610 Mk.

Der Boronatrocalcit, schlechtweg Borkalk genannt, findet sich in unerschöpflichen Lagern auf dem Hochplateau der Cordilleren im Norden Chiles, in einer Höhe von etwa 3500 m. Ich habe die zuerst aufgefundenen und in Ausbeutung genommenen Fundorte in Maricunga und Pedernal ausführlich beschrieben (Chem. Ind. 1884 März). Ein weiteres, mächtiges Lager ist seit mehreren Jahren in Ascotan, etwa 90 englische Meilen von dem chilenischen Hafen Antofagasta entfernt, erschlossen und liefert jetzt fast den gesammten in Hamburg zur Verarbeitung gelangenden Boronatrocalcit.

Auch die via Rosario (Argentinien) ankommende Waare stammt aus der Nähe von Ascotan, aus einem Lager, welches von Tucuman auf der argentinischen Seite der Cordilleren gelegen ist.

Mit der Verschiffung des Borkalks wurde Ende der 70er Jahre von einer chilenischen Gesellschaft in Valparaiso begonnen, nachdem die Versuche, mit englischer Soda Borax zu fabriciren, in einer, ganz nach dem im Muspratt angegebenen Modell, in Caldera, einem Hafenplatz an der Küste, erbauten grossen Fabrik kläglich gescheitert waren. Der durch den Zoll ganz erheblich erhöhte Preis der calcinirten Soda, dazu noch der sehr stark mit Calciumsulfat versetzte Maricunga-Borkalk, wodurch ganz erhebliche Mengen von Soda zur Umsetzung benöthigt wurden, mussten diese Fabrication von vornherein als ganz ungeeignet erscheinen lassen und der direct aus Paris verschriebene Chemiker hat denn auch Nichts erreicht, als grosse Summen für Sodaverbrauch in noch dazu ganz ungenügend und sehr kostspielig erbauter Fabrik zu vergeuden.

Es wurde nunmehr mit der Ausfuhr des durch rohes Auswaschen etwas vom Kochsalz befreiten und getrockneten Borkalks begonnen und erreichte die Verschiffung in den Jahren 1883 und 84 die Höhe von

3000 t. Der Kalk wurde nach Liverpool geschafft, aber nur der kleinste Theil in England verarbeitet, der meiste gelangte, auf diese Weise natürlich um Fracht und Spesen vertheuert, fast ausschliesslich nach Hamburg zur Verarbeitung an die dortigen Raffinerieen. Der Gehalt dieses Borkalks schwankte zwischen 18 bis 24 Proc. an anhydrischer Borsäure. Im Jahre 1882 entschloss sich die Compagnie, auf meinen Vorschlag hin, zur Errichtung einer Schwefelsäurefabrik, um mit dem vorhandenen, sehr billigen, 35 Proc. Schwefel haltenden Pyriten und Salpeter eine Kammersäure zu fabriciren und mit dieser den Boronatrocalcit aufzuschliessen. Statt des geringwerthigen Borkalks gelangte dann die krystallisirte Borsäure zur Verschiffung. Die Fabrik blieb aber nur bis zu Anfang des Jahres 1885 in Betrieb, da das rasche Fallen der Preise von 100 Mark und darüber auf 55 Mk. für 100 k Borax bei dem vorliegenden Rohstoff von nur 20 Proc. Gehalt an anhydrischer Borsäure, dann auch die theuren Frachten keinen Gewinn mehr liessen. Vor Allem war es auch die in's Leben getretene thatkräftige Inangriffnahme des schon erwähnten, viel reicheren Lagers in Ascotan, welches einen Borkalk von durchschnittlich 34 Proc. anhydr. Borsäure liefert, was bei jetzigen Preisen von Borax und Borsäure eine weitere Ausbeutung des Maricunga-Borkalklagers unmöglich machte. Ich führe diese Daten an zur Richtigstellung der von Darapsky¹⁾ bezüglich der Fabrik in Caldera gemachten Angaben, die auf falschen Angaben beruhen. Auch die Angabe, dass Versuche angestellt seien, mit im Thale von Copiapó aufgesammelten Carbonaten Borax zu fabriciren, ist dahin richtig zu stellen, dass mit im Thale von Copiapó in der Nähe von Pouqiós sich findendem Natriumsulfat von einem englischen Sodatechniker in einer kleinen Versuchsanlage Proben gemacht wurden, Soda in solcher Reinheit zu fabriciren, als zur Boraxbereitung nöthig ist. Da aber das Glaubersalz (Thenardit) in ganz verschiedener Reinheit angeliefert wurde, fielen diese Versuche nicht günstig aus und wurden aufgegeben.

Der in Antofagasta verschiffte Borkalk geht direct an das Syndicat für Boraxindustrie in Hamburg, dem die 3 Raffinerien Hell & Sthamer, Morgenstern, Bigot & Co. und Julius Grossmann angehören. Von diesem Syndicat wird auch an andere Raffinerien zu einem, je nach dem Marktpreise des Borax festgestellten Preise Borkalk abgegeben. Durch die Bildung des

Syndicats sind die Preise für Borax wieder etwas besser geworden und halten sich jetzt seit 2 Jahren fest auf 60 bis 62 Mk. für 100 k, und werden diese Preise auch wohl so lange in Kraft bleiben, als ein so reicher Rohstoff aus Chile an den Markt gebracht werden kann.

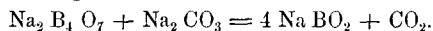
Die Fabrication von Borax aus Boronatrocalcit zerfällt in vier verschiedene Operationen:

1. Die Kochung des Borkalks mit Soda,
2. die Aufarbeitung der Rückstände (Schlamm),
3. die Feinkrystallisation,
4. die Aufarbeitung der Laugen.

1. Die Kochung. Die Kochung des Borkalkes mit calcinirter Soda wird in grossen Kesseln, welche mit einem starken Rührwerk versehen sind, bei directer Dampfeinströmung vorgenommen. Der Borkalk wird zuvor grob gemahlen; man verwendet hierzu zweckmässig einen Desintegrator, der den Kalk so rasch er aufgeworfen wird, genügend zerkleinert liefert.

2500 k Kalk werden mit der 4 bis 5fachen Menge Wasser angerührt und, wenn der Brei in's Kochen geräth, die Soda allmählich zugefügt. Die Menge der Soda richtet sich nach dem Gehalt des Kalkes an Borsäure und Calciumsulfat, ist daher stets wechselnd. Der hohe Gehalt des Maricunga-Borkalks an Calciumsulfat ist auch mit ein Grund, dass der Ascotan-Kalk ihn vom Markte verdrängt hat, denn der Verbrauch an Soda stieg bei diesem Kalk bis auf 30 Proc. von angewandtem Kalk und die erhaltenen Mengen Natriumsulfat verschlechterten die Laugen und erforderten zur Beseitigung viel Arbeit und Dampf. —

Es muss als Regel gelten, so viel Soda zuzusetzen, dass ein mässiger Überschuss vorhanden ist. Noch besser thut man, gleiche Theile calcinirter Soda und Natriumbicarbonat zu nehmen. Die Kochung verläuft schneller, ist schon nach 3 bis 4 Stunden beendet, wird flüssiger und man hat keine Schererei durch Stehenbleiben des Rührwerks in dem dicken Schlamm. Der Hauptgrund ist, dass die Laugen keine zu starke Alkalinität erhalten, wodurch bei der Krystallisation auch eine Bildung von Natriumborat vor sich geht:



Da das neutrale Borat nur 4 Mol. Krystallwasser erthält, so sind die durch Bildung dieses Salzes entstehenden Verluste sehr beträchtlich. Ebenso sehr hat man sich aber auch vor dem Gegentheil zu hüten. Eine ganz träge Krystallisation ist die

¹⁾ Chemzg. 1887; Jahresb. 1887, 605.

Folge, wenn kein Überschuss von Carbonat in den Laugen vorhanden ist.

Beim Zusatz der Soda zu der Kochung tritt sehr häufig ein starkes Aufwallen der Masse ein, welches man durch sofortiges Abstellen des Dampfes, sowie durch Zusatz von kaltem Wasser, welches stets zur Hand sein muss, aber leicht bekämpfen kann. Nachdem sich die Kochung in der Ruhe abgesetzt hat, wird die überstehende klare Lauge mittels eines Hebers oder durch sonst geeignete Vorrichtungen abgelassen und der Schlamm durch eine Filterpresse geschickt. Die Laugen werden in eiserne, viereckige Kasten von etwa 1000 bis 1500 l Inhalt in einem luftigen, kühlen Raume der Krystallisation überlassen. Die gewonnenen Laugen müssen durchschnittlich eine Concentration von 30 bis 35° Beaumé oder darüber haben. Es richtet sich dieser Concentrationsgrad wieder nach dem, den Boronatrocalcit in grösserer oder geringerer Menge begleitenden Gehalt an Calciumsulfat, welches in Natriumsulfat und Chlornatrium übergeführt wurde.

Der Rohborax ist nach 3 bis 4 Tagen in dicken Krusten an den Wandungen auskrystallisirt, auch auf dem Boden als Krystallgrus abgelagert. Der durchschnittliche Gehalt des Rohborax an reinem Natriumbiborat ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 + 10\text{H}_2\text{O}$) ist etwa 40 bis 50 Proc. Der Rest besteht aus etwa 40 Proc. Natriumsulfat und 10 Proc. Chlornatrium. Die Laugen können mehrere Male nacheinander zu den Kochungen verwandt werden; werden sie aber zu concentrirt, so thut man besser, sie einzudampfen. Die erste durch Abdampfung erhaltene Krystallisation enthält noch genügend Borax um dem erhaltenen Rohborax zur weiteren Verarbeitung zugeführt zu werden. Die nun etwa 10 Proc. Borax haltenden weiteren Krystallisationen werden in einer weiter unten beschriebenen Weise behandelt, um den Borax nach Möglichkeit zu gewinnen und die Verluste auf ein Minimum zu beschränken.

2. Die Aufarbeitung der Rückstände. Die Filterpresse liefert den Schlamm, welcher bei der Kochung entsteht, bereits in festen Kuchen, die aber noch eine Menge Mutterlauge einschliessen. Zur Auslaugung derselben bedient man sich entweder direct der Filterpressen, welche zugleich mit Auslaugvorrichtung eingerichtet sind und in vorzüglicher Construction von Dehne, Hübner und Co. in Halle a./Saale geliefert werden, oder man laugt die Presskuchen mit heissem Wasser abermals aus. Eine gründliche Auslaugung des Schlamms ist aber mit ein grosser Factor zur Erzielung einer guten Ausbeute. Die erhaltenen Laugen werden

durch Einengung der Krystallisation des Rohborax zugeführt.

3. Die Feinkrystallisation. Um den erhaltenen Rohborax, 40 bis 50 Proc. Borax durchschnittlich haltend, in die reine Handelswaare überzuführen, nimmt man die Umkrystallisation vor. Als Krystallisationsbottiche werden möglichst grosse, viereckige, eiserne Kasten benutzt, gewöhnlich 8 bis 10 cbm fassend. Dieselben sind mit einer Holzwand umkleidet, ausserdem der Raum zwischen Bottich und Holzwand mit schlechten Wärmeleitern als Asche, Heu oder Sägemehl gut ausgefüllt. Dies geschieht, um eine möglichst langsame und vor Temperatureinflüssen möglichst geschützte Krystallisation einzuleiten und durchzuführen, da nur durch peinlichste Vermeidung einer unregelmässigen Erkaltung Krystalle von der nöthigen Härte und Grösse erzielt werden.

Die Auflösung des Rohborax nimmt man in soviel Wasser vor, dass eine kochende heisse Lauge von 30° B., bei Verwendung reinen Wassers zur Lösung erhalten wird. Man kann die s. g. Feinlauge mehrere Male zum Auflösen neuer Mengen von Rohborax verwenden und muss dann natürlich, je nach der eintretenden Anreicherung mit Natriumsulfat und Chlornatrium die Lauge hochgradiger anstellen. Durch vergleichende Auflösungen an Hand von Analysen kann man hier genau nach dem Gehalt die Feinlauge auf die zugehörigen Beaumégrade einstellen.

Man hat sich aber auch sehr zu hüten, die Laugen zu concentrirt anzuwenden, bez. bei mehrmaligem Gebrauche der Laugen zu Neuauflösungen, werden zu lassen. Aus zu concentrirten heissen Laugen krystallisirt bei noch sehr hoher Temperatur octaëdrischer Borax aus, der nur 5 Mol. Krystallwasser enthält, was also einem bedeutenden Verluste an Borax-Ausbeute gleichkommt, da der prismatische Borax — die Handelswaare — mit 10 H_2O krystallisirt.

Um das Eisen und Spuren organischer Substanz, die färbend auf den Borax wirken würden, zu beseitigen, bedient man sich des unterchlorigsauren Natriums. Chlorkalk wird mit Natriumcarbonatlösung digerirt und von der abcolirten Lauge so lange zugesetzt, bis die Boraxlauge wasserhell ist und keine Reaction mit Ferrocyankalium mehr gibt. Die heisse Lauge wird nun nach den Krystallisationsbottichen geschickt; man muss sorgen, dass die Bottiche möglichst ganz gefüllt sind und recht gut zugedeckt werden, da sonst zu schnelle Abkühlung eintreten würde. Nach 10 bis 14 Tagen, je nach Jahreszeit und Witterung, ist die Temperatur auf 33° gesunken und ist nun die Borax-

krystallisation beendet. Bei 33° beginnt auch das Natriumsulfat zu krystallisiren und muss daher bei dieser Temperatur die Lauge abgelassen werden.

Der an den Wandungen bei gut verlaufener Krystallisation in einer Stärke bis 20 cm und darüber angesetzte Borax wird mit reinem Wasser abgebraust, oder mittels eines Schwammes abgewaschen, um anhängende Tropfen von Mutterlauge sorgfältig und vollständig zu entfernen. Man kann durch Ausschlagen mit einem Hammer die Krusten mit Leichtigkeit losbrechen. In einer Trockenkammer in Körben bei einer Temperatur von 30° trocknet der Borax in 24 Stunden vollständig ab und wird dann durch Putzen von den an der Unterseite vorkommenden Schmutztheilchen befreit und durch Verlesen von kleinen, nicht ausgebildeten Krystallen und Grus gesondert. Er kommt in mit blauem Papier ausgeschlagenen Fässern von 3 bis 400 k Inhalt in den Handel.

3. Die Aufarbeitung der Laugen. Ein Cardinalpunkt der ganzen Fabrication ist auch die rationelle Aufarbeitung der grossen Laugenmengen, welche die Roh- und Feinkrystallisationen liefern. Da aus den schon angeführten Gründen die Laugen nicht zu oft zu Neukochungen benutzt werden dürfen, weil sie sich zu sehr mit Natriumsulfat und Chlornatrium anreichern, so müssen grosse Abdampfpfannen aufgestellt werden, um die anlangenden Mengen zu bewältigen. Gewöhnlich wird hier bei der Einrichtung der Fabriken gefehlt und eine genaue Regelung des Betriebes ist in dieser Beziehung unbedingt erforderlich. — Im Winter schickt man die stark eingedampften Laugen in Krystallisirbottiche, welche im Freien aufgestellt sind; das Glaubersalz krystallisirt daun in grossen Mengen aus. Im Sommer aber sind die Laugen sehr unbequem. Selbst sehr stark eingedampfte Laugen können tagelang ohne zu krystallisiren stehen und spoten auch all der kleinen Kunstgriffe die angewandt werden und sich oft bewähren, um die Krystallisation einzuleiten. Man muss dann das Natriumsulfat und Kochsalz aussieden, was aber immerhin Verluste im Gefolge hat, da das in harten Krusten an den Wandungen der Abdampfpfannen und Abdampfrohre sich festsetzende Salz etwa 3 Proc. Borax enthält, der für die Fabrication verloren ist.

Um aus dem auskrystallisirten Natriumsulfat, zu dem sich auch die aus der Rohborax-Gewinnung stammende Endkrystallisation von schliesslich nur 10 Proc. Borax haltendem Sulfat gesellt, den Borax zu gewinnen, erwärmt man das Sulfat ganz ge-

linde unter Umrühren und Durcharbeiten, bis es in seinem Krystallwasser geschmolzen ist. Man lässt nun das geschmolzene Sulfat ab und erhält den ungelöst gebliebenen Borax in harten Stücken zurück, die sofort in die Feinkrystallisation wandern können.

Die Ausbeute hängt bei dieser Fabrication, wie leicht ersichtlich, in hohem Maasse von einer rationellen Einrichtung ab, da kleine Fehler in jeder der verschiedenen Operationen grosse Verluste bringen können. Vollkommene Apparate zum Transporte der werthvollen Laugen, die sonst leicht verschüttet werden, genügende Auslaugung und Aufarbeitung der Rückstände sind hier Hauptfactoren. Eine fortwährende, peinliche chemische Aufsicht zur Überwachung der Krystallisationen ist unbedingt nöthig, denn es entstehen leicht Verluste, die später garnicht controlirbar sind und vergeblich an verkehrten Stellen gesucht werden.

Zum Schluss möchte ich noch vor der Anwendung von mit Blei ausgeschlagenen Holzbottichen, wie sie im Muspratt beschrieben sind und wie auch verschiedene Fabriken sich eingerichtet haben, warnen. Selbst bei Anwendung dicker Holzböhlen zur Anfertigung der Holzbottiche und bei starker Verankerung gibt das Holz bei den stets wechselnden Temperaturen nach, in ungleichem Maasse das Blei, und die Folge ist, dass das Blei bricht, ewige Lötherei und Leckage veranlassend. Ich halte eiserne Bottiche in jeder Beziehung für zweckentsprechender. Anfangs hat man wohl an dem gewonnenen Borax an den Ansatzflächen etwas viel zu putzen und sogar umzukrystallisiren, bei längerem Gebrauch sind aber die Wände wie polirt und lassen den Borax schön los. Bei genügender Einpackung ist auch eine zu schnelle Abkühlung nicht zu befürchten.

Zur Erörterung der Frage, ob es nicht vortheilhafter sei, den Borkalk mit Salzsäure aufzuschliessen und die erhaltene Borsäure mit Soda zu sättigen, wie bereits vor Jahren von Lunge beschrieben, möchte ich Folgendes bemerken.

Allerdings sind auf den ersten Blick die Vortheile in die Augen springend. Man erhält bei Anwendung von Salzsäure, auch Schwefelsäure, mit Leichtigkeit eine reine Borsäure, die mit Soda schöne, blanke Laugen liefert; man hat auch nicht mit den voluminösen Schlammengen von Calciumcarbonat zu kämpfen, da bei Anwendung von Salzsäure Chlorcalciumlauge, bei Schwefelsäure Calciumsulfat, das sich als schwerer Niederschlag absetzt, entsteht, dann wird auch ganz erheblich an Soda gespart, da ja

ein grosser Theil der Soda bei directer Kochung zur Überführung des Calciumsulfats in Calciumcarbonat verbraucht wird. Ebenso gewichtige Gründe sprechen aber gegen diese Fabricationsweise. Einmal muss man die ganz ausserordentlich starke Abnutzung der Fabrik bei Verwendung von Säuren in's Auge fassen, die sehr dagegen spricht. Ein zweiter Grund ist die Flüchtigkeit der Borsäure mit Wasserdämpfen, wodurch namhafte Verluste entstehen, und dann ist drittens die Soda so billig und rein (9 M. für 100 k) und wird es auch wohl Dank der Entwicklung der deutschen Ammoniaksoda-Industrie bleiben, dass auch ein erhöhter Verbrauch an Soda nicht mehr schwer in's Gewicht fällt.

Über einen verbesserten Zersetzungs- und Absorptions-Apparat.

Mittheilung aus dem chem. Laboratorium und der amtlichen Controlstation zu Osnabrück.

Von

Dr. Wilh. Thörner.

Bei der Bestimmung des Schwefels im Eisen und Stahl durch Überführung in Schwefelwasserstoff und Oxydation des letzteren durch Wasserstoffsuperoxyd, Bromsalzsäure u. dgl. wird im hiesigen Institut schon seit mehreren Jahren ein einfacher und, ohne grosse Aufmerksamkeit zu verlangen, sehr genau wirkender Apparat verwendet. Obgleich nun C. Meineke auf der letzten Versammlung der „deutschen Gesellschaft für angewandte Chemie“ (S. 376 d. Z.) ein directes und genaueres Verfahren für diese Bestimmung durch Zersetzung des Eisens mittels Kupferchlorid-Chlorammonium angegeben hat, so glaube ich dennoch mit der Beschreibung des von mir construirten Apparats nicht zurückhalten zu sollen, da derselbe, ganz abgesehen von der vorzüglichen Übereinstimmung der mit demselben erzielten Werthe auch bei der in Rede stehenden Bestimmung, sich bei vielen anderen analytischen Arbeiten mit grossem Vortheil benutzen lässt und dementsprechend in der letzten Zeit in meinem Laboratorium eine vielseitige Verwendung gefunden hat.

Der Zersetzungskolben A (Fig. 183), welcher je nach der Art der Zersetzung einen Inhalt von 200 bis 1000 cc besitzt, ist mit einem 350 mm langen und 16 mm weiten Hals versehen. Dieser ist direct mittels Kautschukstopfen mit einem passenden, leichten Glaskühler B umgeben. Die Kol-

benhälse besitzen gleiche Weite, so dass alle mit demselben Kühler benutzt werden können. Den so ausgerüsteten Apparat

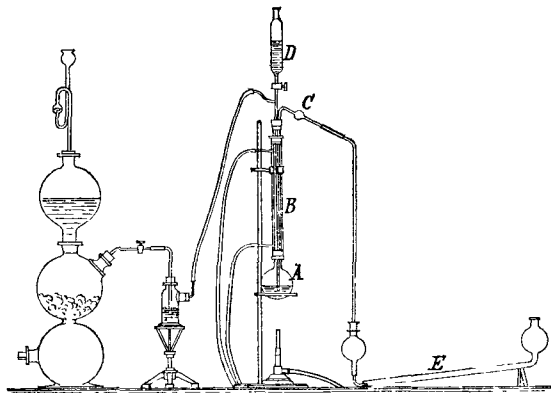


Fig. 183.

werde ich der Einfachheit halber als Kühlerkolben bezeichnen. Dieser Kühlerkolben, welcher in einem Gestell passend befestigt wird, ist mit einem doppelt durchbohrten Kautschukstopfen verschlossen. Die eine Durchbohrung ist mit einem kurzen, direct unter dem Stopfen endigenden, rechtwinkligen oder auch etwas mehr geneigten Kugelrohr C versehen, durch welches der Kolben mit den Absorptionsapparaten verbunden werden kann. Durch die andere Durchbohrung führt der lange Schenkel eines Hahntrichterrohres D bis fast auf den Boden des Zersetzungskolbens. Direct unter dem Glashahn desselben ist ein kurzer, schräg nach oben gerichteter Glasstutzen angeschmolzen, durch welchen die entsprechend gereinigten Gase, atmosphärische Luft, Kohlensäure oder Wasserstoffgas in und durch den ganzen Kühlerkolben geleitet werden können. Durch Öffnen des Glashahnes kann ferner, ohne die geringste Unterbrechung der Arbeit eintreten lassen zu müssen, der Zufluss der Zersetzungsflüssigkeit geregelt werden. Diese Kühlerkolben zeichnen sich durch grosse Handlichkeit aus, indem die Zersetzung in denselben durch Wärme kräftig unterstützt werden kann, ohne dass irgend eine Belästigung durch die entstehenden Säuredämpfe zu befürchten ist. Auch ist bei denselben eine Berührung der heissen Säuredämpfe mit den bislang unvermeidlichen Kork- oder Kautschukstopfen oder Schläuchen vollständig vermieden.

Die Anbringung eines sog. inneren Kühlers ist nicht so wirksam, wie ich durch verschiedene Versuche festgestellt habe.

Bei der Bestimmung von Schwefel im Eisen, sowie bei der Zersetzung von Schwefelantimon, Schwefeleisen u. dgl. durch