

damit die Prüfung ab, ohne weiter die Gründe zu suchen, wodurch die Fehler bedingt sind.

Markt-milch No.	Spec. Gew. bei 15°	Fett Soxhlet Proc.	Fett Short Proc.	Differenz Short gegen Soxhlet
2	1,0307	2,07	2,05	- 0,02
3	1,0307	2,24	2,15	- 0,09
4	1,0336	2,84	2,39	- 0,45
5	1,0335	3,00	2,69	- 0,31
6	1,0328	2,19	2,14	- 0,05
7	1,0326	2,30	2,44	- 0,06
8	1,0337	2,97	3,09	+ 0,12
9	1,0351	3,04	3,18	+ 0,14
10	1,0326	3,60	4,29	+ 0,69
11	1,0286	2,84	2,95	+ 0,11
12	1,0325	3,33	3,89	+ 0,56
13	1,0320	2,99	3,69	+ 0,70
14	1,0343	3,76	4,48	+ 0,72
15	1,0328	3,76	4,19	+ 0,43
16	1,0340	3,98	4,58	+ 0,60
17	1,0336	1,96	2,39	+ 0,43
		a. 4,98		
18	1,0325	4,46	b. 4,98 c. 4,98	+ 0,52
			1,70	
19	1,0325	1,65	1,65 1,60	± 0

Die Beispiele No. 1, 18 und 19 zeigen, dass die nach Short erhaltenen Zahlen für dieselbe Milch nicht sehr von einander abweichen, auch bei verschiedener Einwirkungs-dauer des Alkalis (bei 18 a 2 Stunden, b $2\frac{1}{2}$ Stunden, c 3 Stunden).

Die Genauigkeit des Ablesens war bei den angewendeten Fläschchen von 7 mm Halsweite etwa $\frac{1}{2}$, Theilstrich, entsprechend 0,10 Proc. Fett.

Schliesslich mag noch erwähnt sein, dass Short in seiner Abhandlung die Methode auch für die Untersuchung von Rahm und Butter empfiehlt und bezügliche Analysen mittheilt.

Bonn, Laboratorium der landwirthschaftlichen Versuchs-Station.

Zur Berichtigung.

Von

G. Lunge.

In dem von Wiernik und mir gezeichneten Aufsatze: „Neue Bestimmung der spezifischen Gewichte von Ammoniaklösungen“ (d. Zschr. 1889 S. 181) findet sich eine Umrechnung der für 12° geltenden Tabelle von Wachsmuth auf 15°, welche Rechnung, wie dort erwähnt, nach Abschluss unserer sonstigen Arbeit angestellt wurde. Dies geschah, nachdem Herr Dr. Wiernik behufs Eintritt in eine

neue Lebensstellung seinen hiesigen Aufenthalt gewechselt hatte; die betreffende Rechnung wurde von mir allein ausgeführt. Dies muss hier festgestellt werden, weil (in allzugrosser Eile unmittelbar vor Antritt einer Ferienreise gemacht) aus Versehen die Correctur addirt statt subtrahirt wurde. Selbstredend fällt mit dieser Rechnung auch der daran geknüpfte Schluss, dass die Tabelle von Wachsmuth mit der unsrigen beinahe zusammenfalle; vielmehr weicht sie von der letzteren noch mehr als diejenige von Grüneberg ab, und enthält augenscheinlich viel zu niedrige Zahlen.

Das eben erwähnte, mir allein zur Last fallende Versehen in Bezug auf Wachsmuth's Tabelle hat natürlich ganz und gar nichts mit unseren eigenen Beobachtungs-Ergebnissen und der daraus abgeleiteten Tabelle zu thun, um so weniger, als unsere Beobachtungen bei 15° angestellt wurden und gar keiner Reduction bedurften. Unsere Tabelle darf vielmehr nach wie vor als die zuverlässigste der bisher aufgestellten Ammoniaktabellen gelten, und wird auch von Herrn Dr. Grüneberg selbst laut einer Privatmittheilung desselben dafür anerkannt. Da die denkbaren Fehlerquellen sämmtlich nach der Richtung eines Verlustes von Ammoniak bei den Bestimmungen zeigen, so spricht schon der Umstand für uns, dass unsere Zahlen erheblich höher als die richtig reducierten von Wachsmuth und auch etwas höher als die von Grüneberg sind.

Zürich, 2. Mai 1889.

Brennstoffe, Feuerungen.

Verwerthung der Grubengase. Brenner (Z. Bergh. 1889 S. *70) beschreibt die Versuche, die Grubengase aus der Königsgrube im Wurmreviere abzusaugen und zu verwerthen. Das abgesaugte Gasgemenge enthielt oft 10 Proc. und mehr Grubengas, zuweilen aber auch fast gar keine brennbaren Gase. In Folge der beständigen Schwankung in der Zusammensetzung des Gasgemenges blieben die Versuche, dasselbe zum Heizen der Dampfkessel oder auch zur Beleuchtung mit Magnesiakämmen zu verwerthen, erfolglos.

Hüttenwesen.

Zur Darstellung von Siliciumkupfer wird nach W. Feld und G. v. Knorre (D. R. P. No. 47 201) ein Gemenge von 30 Th. entwässertem Kupferchlorid, 8 Th.

Kieselerde und 3 Th. Kohle mit einem Gemenge von 150 Th. Kupfer, 25 Th. Kieselerde und 20 Th. Kohle überschichtet. Die ganze Beschickung wird so lange auf Rothglut erhitzt, als in den entweichenden Gasen noch Chlor bemerkbar ist. Sobald dies nicht mehr der Fall ist, steigert man die Temperatur auf Weissglut, um das gebildete Siliciumkupfer zusammenzuschmelzen. Bei Innenhaltung dieser Vorschrift wird eine sehr spröde, 8 Proc. Silicium enthaltende Legirung gewonnen.

Oder es wird ein Gemenge von 30 Th. Kochsalz, 25 Th. Kieselerde und 6 Th. Kohle mit einem Gemenge von 150 Th. Kupfer, 25 Th. Kieselerde und 15 Th. Kohle überschichtet. Die ganze Beschickung wird darauf so hoch erhitzt, dass Chlor zu entweichen beginnt. Hört die Chlorentwickelung auf, so steigert man die Temperatur auf Weissglut.

Silicium erhöht die Härte, Festigkeit, Widerstandsfähigkeit und Gussfähigkeit des Kupfers und seiner Legirungen.

Zur Nutzbarmachung von Eisen-erzklein, wasser-, kohlensäure- oder bitumenhaltiger Eisenerzen, deren directe Verschmelzung im Hochofen nicht möglich ist, werden dieselben nach W. Thau (D. R. P. No. 47 132) zunächst getrocknet, bez. entgast und darauf auf dem Herd eines Flammofens je nach ihrer chemischen Zusammensetzung für sich allein oder mit einem Flussmittel zu einer Eisenschlacke geschmolzen, welche durch den Hochofен-process weiter auf Roheisen verarbeitet werden soll.

Die Legirung zur Herstellung von Schmucksachen von P. Lazard und L. E. Daniel (D.R.P. No. 47380) besteht aus 978 Th. reinem Kupfer, 2 g reinem Gold und 20 Th. Aluminium. Man schmilzt Kupfer und Gold, setzt das Aluminium hinzu, hält etwa $\frac{1}{2}$ Stunde lang im Schmelzen und giesst dann in Barren. Um die Farbe der Legirung zu ändern, wählt man andere Verhältnisse.

Zur Gewinnung von Gold und Silber aus Erzen, Lechen, Schlacken u. dgl. werden dieselben nach The Cassel Gold Extracting Company (D.R.P. No. 47 358) gepulvert in einen Behälter gebracht und mit einer Lösung, welche Cyan (gewöhnlich in Form eines löslichen Cyanids) enthält, gut untermischt. Die Lösung lässt man so lange einwirken, bis das Gold und Silber aufgelöst ist. Darauf wird die Lösung abgelassen und das Gold und Silber aus der

Cyanidlösung durch irgend eines der bekannten Verfahren gewonnen. So gewinnt man z. B. das Gold und Silber aus der Cyanidlösung, indem man dieselbe durch Zink in körniger Form seiht. Nach Gewinnung der Edelmetalle kann die Lösung zur Wiedergewinnung des Cyans oder der Cyanverbindungen weiter behandelt werden.

Apparate.

Probefilter für Scheidepfannen von Zuckerfabriken. Nach F. Rassmus (D.R.P. No. 46 572) erhalten die Hähne zunächst die Stellung, dass — wie Fig. 113 zeigt — Rohr *I* durch die Bohrung *a* hindurch mit dem Rohr *R* und der Stutzen *O* durch die Bohrung *b* hindurch mit dem Glasrohr *E* in Verbindung steht. Demnach saugt die Luftleere durch den Stutzen *O* und das daran schliessende Rohr die in dem Glasbehälter *E* vorhandene Luft ab und erzeugt demnach auch im Rohr *I* und Rohr *R* die gleiche Luftleere, so dass Flüssigkeit aus dem Behälter *B* nach dem Behälter *C* und dem Glasrohr *E* übergesaugt wird. Bei dem Absaugen der Luft aus *E* und *C* wird durch das Filtertuch hindurch natürlich auch die Luft aus dem Filtratgefäß *D*, sowie durch die Bohrung *G* und den anschliessenden Canal aus dem Glasrohr *H* abgesaugt. Das Untertheil *C* und das Rohr *E* füllen sich also durch das Rohr *R* und Rohr *I* hindurch mit der Flüssigkeit *A* und dieselbe dringt unter dem natürlichen Höhendruck zum Theil durch das Filtertuch auch in den Behälter *D* ein. Sobald an dem Glasrohr *E* eine für die Untersuchung hinreichende Menge Flüssigkeit zu erkennen ist, wird der Hahn *K* in die zweite Stellung gedreht, welche auf einer Scheibe mit der Marke „filtrirt“ bezeichnet ist.

In dieser Lage des Hahnkükens saugt die Luftleere von *o* aus durch die Kükenbohrung *c* aus dem Flüssigkeitsstandrohr *H* und dem durch *G* damit verbundenen Behälter *D*, so dass also der Druckunterschied zwischen letzterem und dem Glasrohr *E* erhöht und somit die Filtration beschleunigt wird. Hierbei steht der über der Flüssigkeit befindliche Raum durch die in der Gehäusewandung vorgesehene Öffnung *Q*, die Kükenbohrung *b* und die seitliche Bohrung im unteren Stutzen des Obertheiles *F* mit der Aussenluft in Verbindung, so dass der Austritt der Flüssigkeit aus dem Glasrohr *E* bez. dem Gefäß *C* durch das Filtertuch nach dem Behälter *D* in keiner Weise behindert wird. Inzwischen dringt durch den Stutzen *N* und die Bohrung *a* das unter

Druck stehende Gas in das Rohr *R* ein und treibt die in demselben noch vorhandene überflüssig angesaugte Flüssigkeit in den Behälter *B* zurück. Wenn das Rohr durchweg Gefälle hat, so braucht nicht noch besonders Druckgas durch *N* eingeleitet zu werden, sondern es fällt die überflüssig angesaugte Flüssigkeit dann von selbst in den Behälter *B* zurück, wofern nur der Rohrstutzen *N* mit der Aussenluft in Verbindung steht.

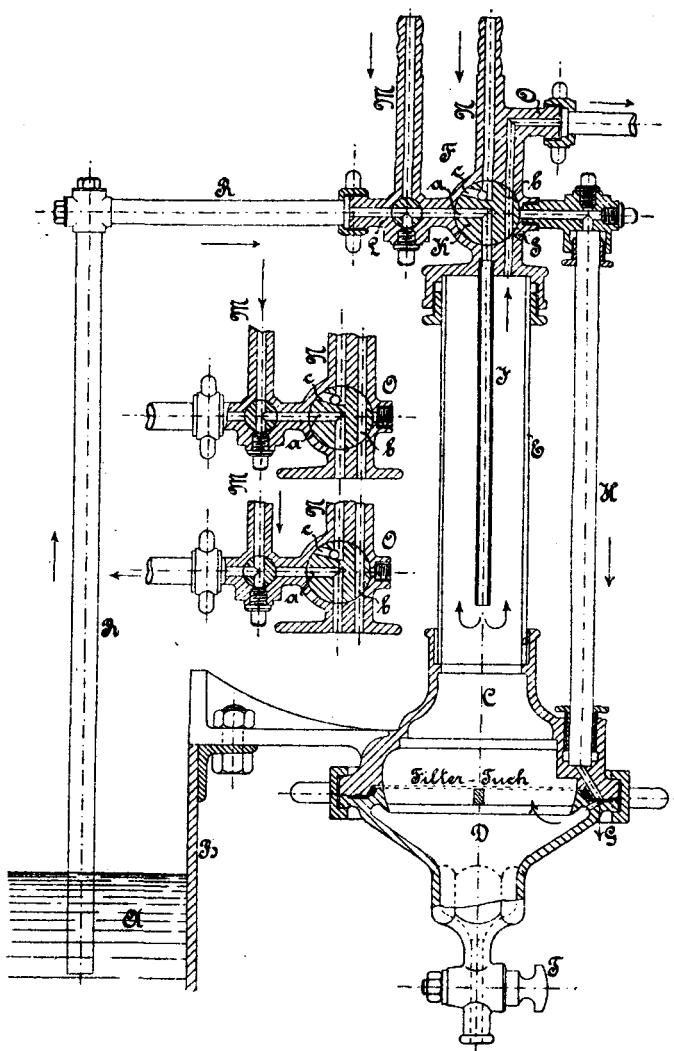


Fig. 113.

Sobald das Standrohr *H* anzeigt, dass eine genügende Menge filtrirter Flüssigkeit vorhanden ist, wird der Hahn *K* in die Stellung gedreht, dass die Stutzen *N* und *O* geschlossen sind, dagegen durch die hintere Kükenbohrung *S* die Aussenluft nunmehr oben in das Standrohr *H*, sowie in das Glasrohr *E* treten kann, so dass die filtrirte Flüssigkeit also durch Öffnen des Hahnes *T* aus dem Filtratbehälter *D* in das Filtrat-

gefäß abgezapft werden kann. Der auf dem Filtertuch sich ansammelnde Satz, sowie der Rest der darüber stehenden, nicht zur Filtration gelangten Flüssigkeit kann durch Abnahme des Filtratgefäßes *D* leicht entfernt werden. Um den Apparat und auch das Rohr *R* mit Wasser nachzuspülen, öffnet man den nach dem Stutzen *M* führenden Wasserzufluss und stellt den am Zusammensetzen von *M* und *L* befindlichen Dreiweghahn.

Auslaugeapparat. Bei der von J. Graftiau angegebenen Vorrichtung befindet sich nach H. Friedburg (J. Am. Soc. 10 S. 162) die auszuziehende Probe in dem Behälter *e* (Fig. 114), welcher mit einer heberförmig gebogenen Abflussröhre versehen ist, einen ausgeplatteten Rand hat

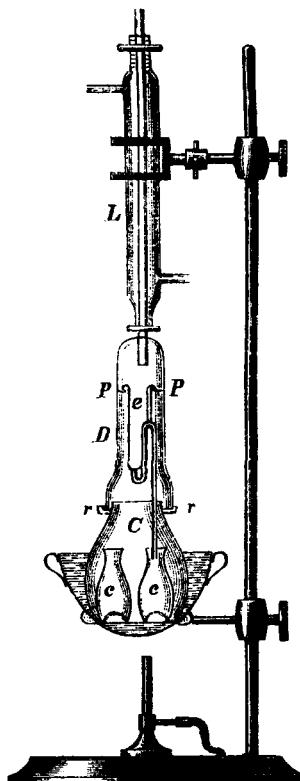


Fig. 114.

und in dem Aufsatze *D* mit Hilfe dreier Vorsprünge *P* und entsprechender Löcher aufgehängt wird. Der Aufsatz *D* ist mit dem Kühler *L* verschmolzen und ruht in der Rinne *r* der Flasche *C*, welche zur Dichtung mit Quecksilber gefüllt wird. Flasche *C* steht in dem Wasserbade und enthält die 2 kleinen Kolben *c*, deren Gewicht bekannt ist. Der eine derselben wird mit Äther gefüllt; die Probe in Filtrirpapier gewickelt in den Be-

hälter *e* gebracht. Die Ausflussöffnung der Hebellröhre muss etwa 1 cm in den Hals des leeren Kolben hineinreichen. Sobald die Ausziehung beendigt ist und der Äther aus *e* kein Fett mehr gelöst enthält, dreht man die Flasche *C* so, dass die Hebellröhre in den zweiten — jetzt leeren, zu Beginn des Verfahrens mit Äther gefüllten — Kolben hineinragt, bringt das Wasserbad, welches ein wenig heruntergelassen war, damit die Drehung leicht ausgeführt werden konnte, wieder in die alte Lage und erhitzt weiter, bis aller Äther in den zweiten Kolben überdestillirt und nur Fett in dem ersten zurückgeblieben ist. Man trocknet und wiegt.

—e.

Unorganische Stoffe.

Chlorcalciumverwerthung. Die Société d'Encouragement hat den diesjährigen Preis von 1000 fr. für die Nutzbarmachung von Fabrikationsabfällen Kolb zuerkannt, für die Verwendung des Chlorcalciums zur Herstellung von Baryumbz. Strontiumchlorid aus den entsprechenden Sulfaten.

Baryumsulfat und magere Kohle werden gemischt und mit Chlorcalciumlauge von der Chlorentwicklung nach dem Weldonverfahren zu einem Brei angerührt, welcher etwa enthält:

Schwerspath	1000 k
Kohle	500 k
Chlorcalciumlauge . . .	100 l

Man trocknet denselben und schmilzt den Rückstand in Öfen, welche den bei Sodaherstellung nach dem alten Verfahren entsprechen. Die abziehende Wärme wird zur Eindickung der Chlorcalciumlauge und zum Trocknen des Rohbreies verwandt.

Man schmilzt, bis die Masse klar zu werden beginnt, was nach Kolb bei etwa 900° eintritt, und erhält nach 24 Stunden 130 bis 140 hk Kohlschmelze, welche 96 bis 98 Proc. des Baryums als Chlorid enthalten soll. Dieselbe wird zerkleinert und dann ausgelaugt. Hierzu dienen 3 m Durchmesser haltende Cylinder, welche 1,8 m hoch sind und deren Rührwerk in der Minute 10 bis 12 Umdrehungen macht. Nach 5 bis 6 Stunden werden 8 bis 9 hl Lauge von 27° B. abgezogen und in den Entschwefelungsbehälter übergeführt. Bei dem Ausziehen verfährt man in bekannter Weise, indem man den am meisten erschöpfsten Rückstand mit der schwächsten Lösung zusammenbringt.

Der erschöpfte Rückstand enthält 31 bis 42 Proc. Schwefelcalcium, 10 bis 15 Proc. Kalk, 2 bis 3,8 Proc. unzersetzten

Schwerspath, aber nur Spuren von Chlorbaryum.

Zur Entschwefelung der Chlorbaryumlauge oxydirt man durch Einblasen von Luft zunächst die Sulfure zu Hyposulfite, versetzt dann die Flüssigkeiten mit etwas Calciumcarbonat, erhitzt auf 50 bis 60° und verwandelt dadurch die Hyposulfite in Sulfate. Der schwefelsaure Baryt setzt sich ab und wird als „Blancfixe“ verwandt.

Die reinen Chlorbaryumlägen werden abgezogen und auf festes Chlorbaryum oder Baryumnitrat weiter verarbeitet. —e.

Nachweis von Kupfersalzen. De-nigès (Rép. pharm. 1889 S. 155) mischt 2 cc einer kaltgesättigten Bromkaliumlösung mit 1 cc conc. Schwefelsäure, schüttelt, wobei die anfangs entstandene gelbe Färbung wieder verschwindet, falls kein Bromat zugegen ist, und setzt darauf 2 bis 3 Tropfen der zu untersuchenden Lösung hinzu. Selbst bei der geringsten Menge eines Kupfersalzes färbt sich die Mischung roth, welche Färbung durch Wasserzusatz verschwindet.

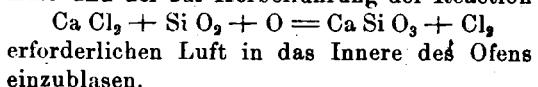
Es wird empfohlen, die betreffenden Lösungen erst mit Schwefelsäure anzusäuern, um die als Sulfate unlöslichen Metalloxyde auszufällen.

Herstellung von Chlor und Chlor-kalk. Solvay & C. (D.R.P. No. 47204) empfehlen auf Grund von Erfahrungen zur Herstellung von Chlor aus Chlorcalcium (in den Ammoniaksodafabriken) verschiedene Neuerungen, welche in Rücksicht auf die grosse Bedeutung dieser Fragen (vgl. Z. 1888 S. 148, 529 u. 549) nach der Patentschrift ausführlich wiedergegeben werden mögen.

Nachdem erkannt war, dass die Gemische aus Chlorcalcium und thonerdehaltigem Material sich leichter zersetzen lassen als Gemische mit kieselerdehaltigem Material, wurde beobachtet, dass es unmöglich ist, eine solche Mischung ohne Entwicklung von Salzsäure bis zur völligen Verjagung ihres Wassergehaltes zu trocknen. Es ist nun sicher nur von Vortheil, die Menge der Salzsäure zu reduciren, welche sich parallel dem Chlor bildet, und um dies zu erreichen, wird jetzt der Thon vorher gebrannt, so dass sein Constitutionswasser verjagt wird und ein Zersetzungsmaterial entsteht, welches zugleich die Vortheile der kieselhaltigen und der thonerdehaltigen Stoffe bietet. Dieses Entwässern kann so geschehen, dass man den Thon in Form von Briquettes in geeigneten Öfen calcinirt und ihn darauf zu Pulver zerkleinert, oder jedes sonst geeignete Mittel anwendet.

Bislang ist bei der Construction der Chloröfen das Bestreben darauf gerichtet gewesen, die die Verbrennung unterhaltenden oder aus der Verbrennung entstehenden Gase vom Reactionsfelde abzuhalten; denn das Chlor aussert ein starkes Bestreben, sich mit dem Kohlenoxyd zu verbinden und damit Carbonylchlorid zu bilden, aus welchem man es nicht in seiner activen Form wiedergewinnen kann. Aber alle diese von aussen her durch eine beträchtliche Dicke feuerbeständigen Materials hindurch zu heizenden Öfen erfordern einen sehr beträchtlichen Wärmeaufwand. Aus theoretischen Betrachtungen, welche zunächst auf den Gedanken führten, dass die Einwirkung der Luft auf mit Kieselerde oder Thonerde gemischtes Chlorcalcium exothermisch oder wenigstens neutral sein könnte, wurde dann weiter geschlossen, dass, wenn die Heizung ins Innere verlegt würde, sie mit so geringem Aufwand an Brennstoff würde bewirkt werden können, dass die Bildung von Carbonylchlorid Verminderung bis auf nicht mitsprechende Verhältnisse finden würde.

Die Arbeitsweise besteht nunmehr gegenwärtig darin, die Zersetzung in einem hohen Thurm vorzunehmen, der aus Mauerwerk construirt und äusserlich gegen Wärmeausstrahlung durch eine sehr dicke Ummantelung mit einem schlechten Wärmeleiter geschützt ist, und die das Brennmaterial abgebenden, aus Koks erzeugten Gase zugleich mit der ihre Verbrennung unterhaltenden Luft und der zur Herbeiführung der Reaction



Das wie oben angegeben zusammengesetzte, der Zersetzung zu unterwerfende Material füllt den Thurm von oben bis unten aus, wobei es, je nach seinem Gehalt an Chlorcalcium, mit Stücken feuerfesten Materials vermengt ist oder nicht, welche als Wärmegeneratoren dienen.

Der Apparat sei im Betrieb. Es ist also ein stehender Cylinder vorhanden, in dessen mittlerer Höhe ein Kranz einmündender Rohrstutzen das Kohlenoxyd zuführt und von dessen unterem Theil ein Luftstrom nach oben sich bewegt. Man kann in diesem Cylinder mehrere Zonen unterscheiden. Die Verbrennungszone beginnt genau in Höhe der Stutzen und erstreckt sich nur über einen geringen Theil der Ofenhöhe. Wenn das zu behandelnde Material in diese Zone gelangt, muss es schon vollständig zersetzt sein; im anderen Falle würde es mit dem Kohlenoxyd zusammentreffen und würde dieses das wirksame Chlor vernichten. Un-

mittelbar oberhalb der Verbrennungszone liegt also die Zersetzungszone. In dieser Zone ist kein Kohlenoxyd mehr vorhanden; dasselbe ist vollständig verbrannt und durch einige Hundertstel Kohlensäure ersetzt, welche die Reaction nicht beeinträchtigen. Innerhalb dieser einige Meter hohen Zone befindet sich das Material auf Rothglut, und findet seine Erhitzung statt. Oberhalb der Zersetzungszone erstreckt sich die obere Regenerationszone; die Gase, welche reagirt haben, würden eine grosse Wärmemenge mit fortführen, wenn man sie nicht einem gleichen Gewicht soeben von oben kalt eingeführten Materials begegnen lassen würde, an welches sie allmählich ihre Wärme abgeben, bis sie schliesslich ihrerseits kalt aus dem Thurm entweichen. Im unteren Theile, von den das Kohlenoxyd zuführenden Stutzen ab, liegt eine untere Wärmegenerirungszone. Die auf hellroth befindliche Masse würde viel Wärme mitnehmen, wenn man sie sich nicht mit dem aufsteigenden kalten Luftstrom begegnen liesse.

Als Gefolge der so getroffenen Änderungen stellte sich eine grosse Schwierigkeit ein, das erzeugte Chlor zur Darstellung von Chlorkalk zu verwerthen. Es ist bekannt, dass verdünntes Chlor einen guten Chlorkalk entstehen lässt, nur darf es keine Kohlensäure enthalten. Dagegen verhindert eine auch nur spurenhafte Gegenwart von Kohlensäure die Erzeugung eines Chlorkalks von der angestrebten Grädigkeit. Nun aber führt man hier freiwillig Kohlensäure in mehreren Hundertsteln in das Chlor ein. Es wurde gefunden, dass die Erzeugung von flüssigem Chlorkalk in keinerlei Weise durch die Gegenwart von Kohlensäure beeinträchtigt wird. Während hierbei sämmtliches Chlor absorbiert wird, entzieht sich ein Theil der Kohlensäure der Absorption durch den Kalk, und der Rest bildet Calciumcarbonat, welches nicht hinderlich ist, indem es in unlöslichem Zustande ausfällt.

Man erhält also flüssigen Chlorkalk, und da man andererseits bei der Hauptreaction die Bildung einer gewissen Menge Salzsäure nicht verhindern kann, so condensirt man diese Salzsäure und benutzt sie, um den erzeugten flüssigen Chlorkalk anzugreifen. Man erhält so concentrirtes Chlorgas, und leitet nun dieses in der gewöhnlichen Weise über Kalk oder über den mittels des verdünnten Chlors erzeugten unvollkommenen Chlorkalk und bringt denselben so auf den gewollten Grad. Man kann das aus dem Verfahren entstehende und durch Kohlensäure verunreinigte Chlor auch zur Erzeugung von Chloraten anwenden.

Die beschriebenen Neuerungen sind nicht auf die Zersetzung von Chlorcalcium allein zu beschränken; sie können auch Anwendung finden zur Zersetzung von Chlormagnesium, von Chlormagnesium in seinen Stassfurter mineralischen Verbindungen, wie überhaupt zur Zersetzung von Chlorüren bez. Chloriden auf trockenem Wege.

Organische Verbindungen.

Reinigung von Naphtalin. Nach Dehnst (D. R. P. Nr. 47364) gehen die Verunreinigungen des rohen Naphtalins durch Behandlung mit Schwefel in der Siedehitze unter Schwefelwasserstoffentwickelung in hochsiedende Stoffe über und lassen sich infolge des hohen Siedepunktes leicht durch Destillation vom unveränderten Naphtalin, welches unter diesen Umständen unverändert bleibt, trennen. Je nach der Reinheit des Naphtalins schwankt die anzuwendende Menge Schwefel zwischen 0,5 bis 2 Proc. vom Gewicht des zu reinigenden Naphtalins.

1000 k Roh-Naphtalin werden z. B. in einem Destillationskessel geschmolzen, auf etwa 120 bis 125° erhitzt und 5 k Stangenschwefel oder Schwefelblüthen zugegeben. Der Schwefel löst sich leicht und bei etwa 170° beginnt Schwefelwasserstoffentwickelung. Es wird schnell destillirt und das Destillat so lange aufgefangen, bis es gelb gefärbt übergeht, was aber nur bei den letzten 5 Proc. der Fall ist. Diese letzte Fraction wird für sich gesammelt, um zur folgenden Behandlung zugegeben zu werden.

Die Hauptfraction kann einer zweiten Destillation über Natronhydrat in der Menge von 0,5 bis 1 Proc. unterworfen werden und stellt dann schneeweisses, zur Darstellung von Naphtol und Naphtylamin vorzüglich geeignetes Handels-Naphtalin dar.

Jodoformherstellung. Löst man nach H. Suilliot und H. Raynaud (Bull. chim. 1 S. 3) 1 Mol. Aceton und 3 Mol. Jodkalium in Wasser und fügt Natriumhypochlorit im geringen Überschusse zu, so entsteht 1 Mol. Jodoform. Man löst 50 Th. Jodkalium, 6 Th. Aceton und 2 Th. Natriumhydrat in 1 oder 2 l kaltem Wasser und fügt langsam Natriumhypochloritlösung hinzu. Jodoform wird augenblicklich gebildet, ballt sich zusammen und fällt zu Boden.

Da die Anwesenheit selbst bedeutender Mengen neutraler Alkalosalze in den Jodflüssigkeiten die Fällung des Jods nicht beeinträchtigt, so suchten Suilliot und Raynaud die Vareckasche nach diesem Verfahren zu verarbeiten. Seit 6 Monaten hat

sich das Verfahren im Grossen bewährt. — Man entfernt zunächst aus den Laugen etwa vorhandene Sulfure, Sulfite und dergl., bestimmt das als Jodkalium vorhandene Jod, fügt eine entsprechende Menge Aceton hinzu und fügt allmählich unter Röhren so lange Hypochloritlösung hinzu, bis kein Niederschlag mehr entsteht. Nach einiger Zeit entfernt man die überstehende Flüssigkeit, welche nur noch Spuren von Jod enthalten soll, durch Abgießen.

— e.

Farbstoffe.

Darstellung von Schwefelabkömlingen der Paradiamine und Umwandlung derselben in schwefelhaltige Farbstoffe. Ersetzt man nach Farbwerke vorm. Meister, Lucius & Brüning (D. R. P. Nr. 47345) in dem Verfahren des Patenten Nr. 46805 (Z. S. 200) einerseits die Thiosulfonsäure des Amidodimethylanilins durch die Amidodiäthylanilinthiosulfonsäure, andererseits auch noch das Dimethylanilin durch Diäthylanilin, o-Toluidin oder α -Toluylendiamin (Schmelzpunkt 99°), so erhält man eine Reihe schwefelhaltiger grüner Indamine, welche sich in ihrer Zusammensetzung und ihren Eigenschaften dem Indamin $C_{16}H_{10}N_3S_2O_3 (+ \frac{1}{2}aq)$ anschliessen, wie dieses in Wasser unlöslich sind und z. B. durch Kochen mit Wasser in Leukothioninabkömlinge, durch Kochen mit Chlorzink und weiterem Oxydationsmittel in dem Methylen blau entsprechende Farbstoffe übergeführt werden. Es entstehen:

a) aus Amidodimethylanilinthiosulfonsäure und Diäthylanilin das Dimethyläthylindaminthiosulfonat $C_{18}H_{23}N_3S_2O_3$;

b) aus Amidodimethylanilinthiosulfonsäure und o-Toluidin das Dimethyltoluindaminthiosulfonat $C_{15}H_{17}N_3S_2O_3$;

c) aus Amidodiäthylanilinthiosulfonsäure und Dimethylanilin das Diäthyldimethylindaminthiosulfonat $C_{18}H_{23}N_3S_2O_3$;

d) aus Amidodiäthylanilinthiosulfonsäure und Diäthylanilin das Tetraäthylindaminthiosulfonat $C_{20}H_{27}N_3S_2O_3$;

e) aus Amidodiäthylanilinthiosulfonsäure und o-Toluidin das Diäthyltoluindaminthiosulfonat $C_{17}H_{21}N_3S_2O_3$;

f) aus Amidodimethylanilinthiosulfonsäure und α -Toluylendiamin das Dimethylamidotoluindaminthiosulfonat $C_{15}H_{18}N_4S_2O_3$.

Durch die besprochene Umlagerung entstehen alsdann die Thionifarbstoffe:

aus a): Dimethyläthylthioninchlorid $C_{18}H_{22}N_3SCl$;

aus b): Dimethyltoluthionin (salzsaurer) $C_{15}H_{16}N_3SCl$;

aus c): Diäthyldimethylthioninchlorid $C_{18}H_{22}N_3SCl$;

aus d): Tetraäthylthioninchlorid $C_{20}H_{26}N_3SCl$;

aus e): Diäthyltoluthionin (salzsaurer) $C_{17}H_{20}N_3SCl$;

aus f): Dimethylamidotoluthionin (salzsaurer).

Die Ausführung des Verfahrens schliesst sich völlig dem in dem Haupt-Patent Nr. 46 805 beschriebenen an, nur wird das zur Bereitung des Paradiamins dienende Dimethylanilin (6 k) durch 7,4 k Diäthylanilin, das mit der Sulfosäure zu paarende Dimethylanilin durch 7,4 k Diäthylanilin bez. durch 5,3 k o-Toluidin oder die äquivalente Menge von α -Toluylendiamin ersetzt. Das gebildete Indamin scheidet sich in messingglänzenden, grünen, kleinen Nadeln oder auch wohl in schwarzgrünen, kupferglänzenden, weichen, allmählich krystallinisch werdenden Klumpen ab. Die daraus durch Umlagerung entstehenden blauen bez. blauvioletten Farbstoffe werden in krystallinischer Form gewonnen, mit Ausnahme der Dimethyläthylthioninchloride, welche seither nur als kupferglänzende Massen erhalten worden sind.

Patent-Ansprüche: 1. Verfahren zur Darstellung von schwefelhaltigen grünen Indaminen: Dimethyläthyl-, Dimethyltolu-, Diäthyldimethyl-, Tetraäthyl-, Diäthyltolu- und Dimethylamidotoluidinaminthosulfonat, darin bestehend, dass an Stelle der in dem Patent No. 46 805, Patent-Anspruch 1., genannten p-Amidodimethylanilinthiosulfosäure (-mercaptansulfosäure) die p-Amidodiäthylthioninchiosulfosäure und event. auch an Stelle des mit der Sulfosäure zum Indamin zu combinirenden Dimethylanilins die äquivalente Menge Diäthylanilin, o-Toluidin oder α -Toluylendiamin verwendet wird.

2. Verfahren zur Darstellung von methylenblauähnlichen Farbstoffen der Thioningruppe: Dimethyläthyl-, Dimethyltolu-, Diäthyldimethyl-, Tetraäthyl-, Diäthyltolu- und Dimethylamidotoluthioninchlorid, darin bestehend, dass an Stelle des im Patent-Anspruch 2. des Haupt-Patentes genannten, in kaltem Wasser unlöslichen schwefelhaltigen Derivates des Dimethylphenylengrüns eines der im vorstehenden Patent-Anspruch genannten analogen Indaminthosulfonate zur Verwendung kommt.

Darstellung orangefarbener Azofarbstoffe. Nach K. Oehler in Offenbach (D. R. P. Nr. 47 235) lässt sich ein Molekül der Kresolcarbonsäuren mit der Tetrazoverbindung des Tolidins zu einem Zwischenprodukte vereinigen, welches bei

weiterer Einwirkung von Toluylendiaminsulfosäure Baumwolle im alkalischen Seifenbade ohne Beizen färbende Azofarbstoffe liefert. 21,2 k Tolidin werden in 500 k Wasser und 48 k Salzsäure (20° B.) gelöst. Die Lösung wird bei 0° mit einer Auflösung von 28 k Natriumnitrit in 150 k Wasser versetzt. Lässt man diese Tetrazoditolylchlorid enthaltende Flüssigkeit in eine Auflösung von 15,2 k o-Kresolcarbonsäure und 20 k calcinirte Soda in 300 k Wasser einlaufen, so entsteht das Zwischenprodukt, welches sich allmählich als eine braune gallerartige Masse ausscheidet; ist die Bildung desselben vollendet, so fügt man eine Auflösung von 20,2 k Toluylendiaminsulfosäure und 6 k Soda in 300 k Wasser hinzu, röhrt die Mischung 24 Stunden lang durch, erhitzt sie dann zum Kochen, salzt den Farbstoff aus und trocknet ihn nach dem Filtriren und Abpressen. Derselbe färbt Baumwolle im alkalischen Seifenbade orange.

Wendet man in dem vorbeschriebenen Verfahren an Stelle der o-Kresolcarbonsäure die gleiche Menge m-Kresolcarbonsäure (γ -Kresotinsäure, Beilstein's Handbuch, S. 1459) an, so erhält man ebenfalls einen orangen Farbstoff, der dem ersten sehr ähnlich ist. Das Zwischenprodukt aus Tetrazoditolylchlorid und m-Kresolcarbonsäure ist unlöslich in Wasser und von rothbrauner Farbe.

Die neuen Farbstoffe lösen sich mässig leicht in kaltem Wasser; diese Lösungen werden durch verdünnte Säuren braun gefällt. In concentrirter Schwefelsäure lösen sich die Farbstoffe mit violettrother Farbe.

Patent-Anspruch: Darstellung orangefarbener Azofarbstoffe nach dem in dem Patente No. 31658 und dessen Zusatz-Patent No. 44797 geschützten, aber in der Weise abgeänderten Verfahren, dass Tetrazoditolyl, anstatt — wie im Patent No. 44797 — mit 1 Mol. Salicylsäure, mit 1 Mol. o-Kresolcarbonsäure ($\text{CH}_3:\text{OH}:\text{COOH} = 1:2:3$) oder 1 Mol. m-Kresolcarbonsäure ($\text{CH}_3:\text{OH}:\text{COOH} = 1:3:4$) combinirt wird und als zweiter Component anstatt der im Patent No. 44797 genannten Amine Toluylendiaminsulfosäure benutzt wird.

Angelegenheiten der Deutschen Gesellschaft für angewandte Chemie.

Als Mitglieder werden vorgeschlagen:

Actiengesellschaft Georg Egestorff's Salzwerke, Hannover (durch F. Fischer).

Chemiker-Verein in Hamburg (durch F. Fischer).

Dr. Paul Wegerhoff, Assistent am unorganischen Laboratorium der technischen Hochschule Berlin-Charlottenburg (durch Prof. Rüdorff).

Der Vorstand.

v. Marx.