

vorkommen — zu versuchen. Behandelt man Legirungen oder Erze mit Königswasser und nimmt auf 1 g der ersteren etwa 1 cc von letzterem, setzt dann nach der vollständigen Zersetzung oder Auflösung auf je 1 g des Erzes oder der Legirung etwa 2 g krystallisirte Oxalsäure zu der kochenden Lösung, so scheiden sich die in verdünnten Säuren unlöslichen Oxalate als feines Krystallmehl aus der Lösung ab, während die in Oxalsäure löslichen Verbindungen des Zinns, des Antimons, Arsens, Eisens, Chroms, Aluminiums, Urans gelöst bleiben. Dampft man die über dem unlöslichen Niederschlag stehende Lösung ein, ohne die letztere von ersterem zu trennen, so werden auch die bei der Einwirkung des Königswassers entstandenen unlöslichen Metallsalze von der Oxalsäure zersetzt und in Oxalate übergeführt. Es ist zweckmässig, den Eindampfrückstand nochmals mit etwas verdünnter Oxalsäurelösung aufzurühren und wieder einzudampfen, bis alle Salzsäure verflüchtigt ist.

Behandelt man nun den Eindampfrückstand mit warmem Wasser und lässt die unlöslichen Verbindungen sich absetzen oder filtrirt man die Lösung durch gutes Filtrirpapier ab, so kann man in der Lösung das Zinn elektrolytisch fällen. Ist Antimon in der Lösung vorhanden, so beginnt dessen Ausfällung erst, wenn der grösste Theil der Oxalsäure zersetzt und das Zinn aus der Lösung abgeschieden ist. Vielleicht gelingt es, dieses Verhalten der Antimonsäure, namentlich bei zeitweisem Zusatz von Oxalsäure zur Lösung, zu einer Trennung des Zinns vom Antimon zu verwerthen. Die letztere gelingt in oxalsäuren Lösungen auch auf die Weise, dass man die Lösung heiss mit Ammoniak versetzt; wodurch das Zinn als Hydrat

abgeschieden wird, während die Antimonsäure gelöst bleibt. (Vgl. Z. anal. 1887 S. 9.)

Um noch ein Beispiel anzuführen, in welcher Weise das verschiedene Verhalten einzelner Metalle unter dem Einflusse des Stromes zu einer Trennung derselben benutzt werden kann, theilt Luckow eine bis jetzt noch nicht veröffentlichte Methode der Trennung des Bleis vom Silber mit. Setzt man zu einer salpetersauren Lösung der beiden Metalle so viel Salpetersäure, dass die Lösung etwa 15 Proc. freie Salpetersäure enthält (in 1 cc etwa 0,15 g N_2O_5), so scheidet sich bei der Elektrolyse einer solchen stark sauren Lösung beim Schliessen des Stromes etwas Silbersuperoxyd am positiven Pole ab, an dem das Blei sich vollständig als Superoxyd ablagert. Um nun die Abscheidung der geringen Mengen des ersteren zu verhindern, setzt man zu der stark sauren Lösung einige Tropfen von einer concentrirten Oxalsäurelösung. Die Abscheidung des Bleis erfolgt dann frei von Silber. Enthält die Lösung der beiden Metalle nicht über etwa 8 Proc. freie Salpetersäure, so erfolgt neben der Abscheidung des Bleis am positiven Pole die gleichzeitige Abscheidung des Silbers als Metall, jedoch in sehr voluminöser Form, am negativen Pole. Diese Form, in welcher sich das Silber stets aus sauren Lösungen abscheidet, bedingt es, für die gleichzeitige Abscheidung der beiden Metalle auch eine geeignete Form für die Pole zu wählen, entweder eine Horizontalspirale für den negativen und einen Cylindermantel, Kegel oder eine Verticalspirale für den positiven Pol, oder aber für die beiden Pole lothrecht stehende Platinplatten am besten in kleinen 4eckigen Cüvetten.

Deutsche Gesellschaft für angewandte Chemie.

Sitzungsberichte der Bezirksvereine.

Hannoverscher Bezirksverein.

Sitzung am 1. März.

Dr. Holz führte in seinem bereits S. 257 erwähnten Vortrage über bakteriologische Untersuchungsverfahren und Desinfection aus, die Bakteriologie habe durch die bedeutenden Verbesserungen der optischen Hilfsmittel und dadurch, dass es gelang die Bakterien zu färben, sie ausserhalb des thierischen Organismus in sog. Reinculturen d. h. in welchen eine bestimmte Bakterienart ganz allein ohne jede Beimengung von anderen vorhanden ist, züchten, von hier aus zu übertragen und dieselbe Krankheit wie vorher zu erzeugen, einen ganz gewaltigen Aufschwung genommen.

Die Schwierigkeiten, welche mit der Herstellung von Reinculturen verbunden sind, beginnen schon bei Anfertigung der Nährmaterialien. Diese müssen vollständig steril, d. h. frei von allen Organismen und deren Keimen sein. Es gelingt die Sterilisation der Nährböden dadurch, dass man dieselben längere Zeit erhitzt. Die Gefässe, welche

zur Aufnahme der Nährmedien dienen sollen, werden gewöhnlich der trocknen Hitze ausgesetzt, also im gewöhnlichen Luftbad etwa 1 Stunde auf 150 bis 180° erhitzt; sie sind dann sicher steril. Die Nährböden selbst halten jedoch eine solche Temperatur nicht aus, ohne nachtheilige Veränderungen zu erleiden; zu deren Sterilisation muss die feuchte Hitze angewendet werden.

Es geschah dieses früher dadurch, dass man die zu sterilisirenden Nährmittel für längere Zeit in einen Topf mit heissem Wasser brachte, oder sie mit Wasserdampf unter Druck behandelte.

Nun wies jedoch Koch nach, dass die Temperatur bei diesen Verfahren nur langsam in das Innere der zu sterilisirenden Sachen eindringt, dass z. B. der gespannte Wasserdampf eine Temperatur über 120° haben kann, während das Innere der Nährmittel kaum eine Temperatur von 70 bis 75° erreicht hat. Wurden aber die Nährmedien in freiströmenden Wasserdampf gebracht, so gelang es schnell, auch im Innern derselben eine Temperatur von 100° zu erreichen, bei welcher Temperatur nach 1 Stunde auch sehr widerstandsfähige Keime abgetödtet werden.

Zur Herstellung von Culturen bedient man sich heute flüssiger und fester Nährböden. Von den flüssigen kommen hauptsächlich die Bouillon (bereitet aus 500 g feingehacktem Rindfleisch, welches mit 1 l Wasser $\frac{3}{4}$ Stunden im Wasserbade gekocht wird. Alsdann wird mit Natriumcarbonatlösung schwach alkalisch gemacht, nochmals $\frac{1}{4}$ Stunde gekocht und durch ein mit Wasser angefeuchtetes Filter gegeben und sterilisirt), Milch sowie die Pasteur'sche und Cohn'sche Nährlösung in Betracht.

Die flüssigen Nährmittel besitzen jedoch den Übelstand, dass man mit ihrer Hilfe aus einem Gemenge von Bakterien die einzelnen Arten gar nicht oder doch nur sehr schwierig von einander trennen kann. Zur Isolirung von Bakterien aus Gemengen benutzt man daher die festen Nährböden, von denen wohl am meisten die Nährgelatine benutzt wird. Zur Herstellung derselben werden 500 g fein gehacktes, fettfreies Rindfleisch mit 1 l Wasser 24 Stunden lang an einem kühlen Ort stehen gelassen. Dann wird abgepresst, so dass 1 l Fleischwasser entsteht. Hierzu gibt man 100 g Gelatine, 10 g Pepton und 5 g Kochsalz, löst die Gelatine im Dampftopf, neutralisirt mit Sodalösung, kocht nochmals $\frac{1}{2}$ Stunde, filtrirt und füllt in Reagensgläsern, welche vorher sterilisirt wurden. Die so beschickten Reagensgläsern kommen dann noch an 3 aufeinander folgenden Tagen je $\frac{1}{4}$ Stunde in den Dampftopf und die Nährgelatine ist fertig.

Agar-Agar wird in ähnlicher Weise bereitet, nur setzt man statt 10 Proc. Gelatine 1 Proc. Agar-Agar zum Fleischwasser und kocht dann mehrere Stunden zur Lösung des Agar-Agar.

Um einen höheren Nährwerth dieser beiden Nährmittel zu erzielen, setzt man häufig noch 0,5 bis 3 Proc. Zucker hinzu, mitunter auch einige Procente Glycerin.

Einen ganz vorzüglichen Nährboden liefert das Blutserum. Das zu verwendende Blut wird in grossen, mit 0,1 proc. Sublimatlösung sterilisirten Glasylindern aufgefangen und einige Tage im Eisschrank unberührt stehen gelassen. Dann wird das abgeschiedene Serum mit sterilisirter Pipette abgehoben und in sterile Reagensgläsern gegeben. Diese werden 8 Tage lang je 1 Stunde bei 54 bis 56° gehalten, dann bei 70° erstarrt und das Blutserum ist zum Gebrauch fertig.

Behufs Feststellung von Reinculturen verfährt man nun gewöhnlich in folgender Weise. Es wird von dem zu untersuchenden Material mittels ausgeglühter Platinnadel eine kleine Menge in flüssige und möglichst abgekühlte Nährgelatine oder Agar-Agar gebracht, hierin vertheilt und, damit die Keime nachher recht isolirt zur Entwicklung kommen, aus diesem ersten Gläsern mit Hilfe einer ausgeglühten Platinöse ein Tröpfchen in ein neues Röhrchen mit Gelatine oder Agar-Agar gebracht, aus diesem vielleicht noch einmal in frisches Nährmaterial übertragen. Nachdem gut gemischt worden ist, wird die so beschickte Gelatine bez. Agar-Agar auf Platten oder in Doppelschälchen gegossen, erkalten gelassen und nun geschützt aufbewahrt.

Nach einigen Tagen haben sich dann die Keime zu Ausidelungen entwickelt und können nun mit Hilfe des Mikroskops untersucht werden.

Es ist natürlich jeder Keim getrennt von anderen zur Entwicklung gekommen, jede Ansiedelung bildet also eine Reincultur und kann nun weiter untersucht werden. Zu diesem Zweck wird sie abgestochen, d. h. es wird mit einer Platinnadel ein kleiner Theil entnommen und alsdann in neues Nährmaterial übertragen. In diesem entwickelt sich der Organismus weiter und es können nun alle möglichen Versuche damit angestellt werden.

Der Vortragende erwähnte dann noch die bakteriologische Wasseruntersuchung, die Untersuchung von Organen, Blut u. dgl., die Herstellung von gefärbten Deckglaspräparaten, die Untersuchung im hängenden Tropfen und in Schnitten von Organen und sprach dann noch einige Worte über Desinfection.

Unter Desinfection ist das Unschädlich machen, das Abtöden von Krankheitserregern zu verstehen. Soll ein Desinfectionsmittel allen Anforderungen entsprechen, so muss es folgende Eigenschaften haben:

1. Es muss die Krankheitserreger vollständig unschädlich machen;
2. darf es die Stoffe, an welchen die Krankheitserreger haften, nicht zerstören oder beschädigen;
3. darf es keine gesundheitsschädlichen Eigenschaften haben und
4. muss es leicht zu handhaben und möglichst billig sein.

Eitheilen kann man die Desinfectionsmittel in chemische und physikalische.

Von ersteren kommen heute hauptsächlich Sublimat, Phenol und seine Homologen in entsprechenden Verdünnungen allein oder mit Säurezusatz (Carbol-Schwefelsäure) in Betracht und dann der Kalk, welcher als Kalkmilch angewendet ein ganz vorzügliches Desinfectionsmittel für Cholera-, Typhus- und wohl auch Ruhrstühle ist.

Zur 2. Art der Desinfectionsmittel gehört die Hitze und besonders wiederum der strömende Wasserdampf. Überhitzten Wasserdampf anzuwenden empfiehlt sich nicht, da bei dessen Anwendung Flecke von Erbrochenem, Blut u. dgl. auf der Faser der zu desinficirenden Wäsche fixirt werden.

Sitzung am 29. März. Vors.: Ferd. Fischer, Schriftf.: Dr. F. Hartmann. Anwesend 33 Mitglieder und Gäste.

Dr. K. Scheuer hielt einen eingehenden Vortrag über die Herstellung von Natriumnitrit.

Die Nitrite, besonders das Natriumnitrit, haben seit der Entdeckung und fabrikmässigen Herstellung der Azofarbstoffe eine grössere Bedeutung erlangt. Bei der bekannten Reactionsfähigkeit der Diazoverbindungen, welche am bequemsten mit Hilfe von Natriumnitrit herzustellen sind, ist es ferner nicht ausgeschlossen, dass das Nitrit auch zur Herstellung anderer organischer Verbindungen eine grössere Anwendung findet. Auch in anderer Richtung fehlt es nicht an Vorschlägen, das Nitrit technisch zu verwerthen; so hat z. B. R. Wagner

dasselbe als Antichlor in der Papierfabrikation empfohlen, von anderer Seite ist es zum Reinigen von Fetten empfohlen worden. Von einer grösseren Verwendung des Nitrits nach dieser Richtung hin ist jedoch bis jetzt noch nichts bekannt geworden. Das Natriumnitrit, kurzweg Nitrit genannt, hat unter den verschiedenen Nitritsalzen allein praktische Bedeutung erlangt, 1. weil dasselbe leicht krystallisirt, ohne hierbei Wasser zu binden, 2. nur unbedeutend hygroskopisch ist, und weil es 3. sich direct aus dem billigen raffinierten Chilisalpeter herstellen lässt.

Von den vielen Vorschlägen zur Überführung des Salpeters in Nitrit durch Einwirkung von Kohle, Graphit, Schwefelcalcium oder Schwefelbaryum, Eisen, Zinn, Kupfer und Blei, wird jetzt nur letzterer Weg für die fabrikmässige Darstellung befolgt. Die Gründe hierfür bestehen darin, dass der Salpeter und das Blei bei einer Temperatur auf einander wirken, bei welcher beide Körper sich in flüssigem Zustande befinden, in welchem bekanntlich eine chemische Einwirkung am leichtesten von Statten geht. Ferner lassen sich bei vorsichtigem Arbeiten mehr als 90 Proc. des Salpeters in Nitrit überführen, was bei Anwendung der übrigen oben angegebenen Reductionsmittel nicht zu erreichen ist. Ausserdem tritt für das aufgewandte Blei, welches in Bleioxyd übergeht, eine Werthsteigerung ein, indem dieses Bleioxyd ein sehr werthvolles Ausgangsmaterial zur Mennigefabrikation bildet, bei welcher Fabrikation man bekanntlich das Blei zunächst unter Aufwand von Kosten in Oxyd überzuführen hat. Aus diesem Grunde wird die Nitritfabrikation wenigstens in Deutschland zum weitaus grössten Theile von den Mennigefabrikanten ausgeführt, während sie früher in den Händen der Fabriken für chem.-techn. Fabrikate sich befand. Wo örtliche Verhältnisse eine derartige Verwerthung des Bleioxyds nicht gestatten, kann dasselbe mit geringen Kosten und leicht in metallisches Blei zurückgeführt werden.

Der Vollständigkeit wegen mag hier noch angeführt werden, dass bei der Verwendung von gefälltem metallischen Kupfer zur Reduction etwa 75 Proc. des Salpeters in Nitrit übergeführt werden können. Das hierbei entstehende Kupferoxyd kann als Farbe in der Glasmalerei und Keramik verwandt werden, ferner als Ausgangsmaterial zur Herstellung von Kupfervitriol oder Kupferchlorid, endlich in der Bunt-Feuerwerkerei. Unter besonderen Verhältnissen kann daher auch dieser Weg zur Herstellung des Nitrits

mit Vortheil angewandt werden. (Arch. Pharm. 1879 S. 245.)

Rohstoffe. Der Salpeter wird jetzt fast ausschliesslich in der Form angewandt, wie er als sog. raffinirter Chilisalpeter im Handel vorkommt, und etwa 96 bis 97 Proc. reines Natriumnitrat enthält.

Bei Verwendung von doppelt raffiniertem Chilisalpeter, der nur noch Spuren von Chlornatrium enthält, gelingt es, noch 4 bis 5 Proc. Salpeter mehr in Nitrit überzuführen, doch werden hierdurch die Kosten der Reinigung desselben nicht gedeckt.

Das Blei wird in der Form angewandt, wie es als sog. doppelt raffiniertes Weichblei im Zustande grosser Reinheit in den Handel vorkommt. Das Walzblei, welches in Schwefelsäurefabriken verwandt wird, ferner das Bleirohr sind ebenso rein; es sind daher die Abgänge dieser Bleisorten, welche in nicht unbedeutenden Mengen im Handel zu erhalten sind, ebenfalls verwendbar. Das Blei wird in gusseisernen Kesseln eingeschmolzen, wobei die Schmutztheile an die Oberfläche steigen und entfernt werden können. Das geschmolzene Blei wird sodann mit Hülfe eiserner Schöpfkellen auf schmiedeiserne Platten ausgegossen, woselbst es zu dünnen, geschmeidigen Bändern erstarrt. In dieser Form ist es zur Nitritfabrikation besonders geeignet.

Die Darstellung zerfällt in mehrere Theile: die Schmelze, ihre Lösung und Reinigung, das Eindampfen und Krystallisiren, das Schleudern, Waschen und Trocknen, die Aufarbeitung der Mutterlaugen, und endlich die Bleioxydverwerthung.

Der Schmelzprocess, das wichtigste der ganzen Fabrikation, wird in flachen, gusseisernen Kesseln vorgenommen, welche passend 1,38 m Durchmesser, 0,35 grösste Tiefe und 35 mm Wandstärke haben. Die Kessel müssen aus gutem, reinem Eisen hergestellt und ihre Innenfläche möglichst glatt sein. Bei einer grösseren Production ist es zweckmässig, 4 solcher Kessel zu einem gemeinschaftlichen Kesselheerde zu vereinigen.

Das Gelingen des Schmelzprocesses hängt wesentlich von der Erfüllung zweier Hauptbedingungen ab:

1. der richtigen Temperatur,
2. einem guten Rühren.

Natronsalpeter schmilzt etwa bei 310°, Blei bei etwa 335°, und die passendste Temperatur für die Nitritbildung liegt zwischen 420 bis 500°. Unterhalb derselben ist sie nur sehr gering, und über 500° geht die Einwirkung zu stürmisch vor sich, ausserdem wirkt hierbei das gebildete Bleioxyd energisch auf das glühende Gusseisen des

Kessels ein, was ein baldiges Durchschmelzen desselben verursacht.

Der Zweck des Rührens ist ein doppelter. Zunächst muss, wegen des bedeutenden Unterschiedes der specifischen Gewichte, beständig eine gute Mischung des Kesselinhalts erhalten werden, da sich sonst eine Schicht von Bleioxyd zwischen das geschmolzene Blei und dem Salpeter lagert. Das Rühren ist aber deswegen auch unerlässlich, weil das Bleioxyd ein verhältnissmässig schlechter Wärmeleiter ist und bei ruhigem Lagern auf der heissen Kesselwandung die vorhin erwähnte Einwirkung desselben auf das Eisen eintreten würde. Bei kleiner Fabrikation benutzt man zum Umrühren einfache Handrührer aus Rundeisen mit angeschmiedeter Rührplatte, deren Unterkante sich der Wölbung des Kessels anschliesst. Bei grösserem Betriebe ist es vortheilhaft, ein mechanisches Rührwerk anzuwenden, welches derartig construirt sein muss, dass in jedem Kessel eine Anzahl kleiner und niedriger Schaufeln so angebracht sind, dass die ganze Oberfläche des Kessels systematisch von denselben gestreift wird und nirgends das Bleioxyd zur Ruhe kommen kann.

Die passendste Ladung eines Kessels besteht aus 100 k Salpeter und 285 k Blei. Theoretisch sind nur 244 k Blei erforderlich; da sich jedoch stets ein Theil desselben der Einwirkung entzieht und in dem Bleioxyd in fein vertheilter Form vorhanden bleibt, so ist es nothwendig, obigen Überschuss anzuwenden.

Bei der Ausführung des Schmelzprocesses wird der Salpeter zunächst zum Schmelzen gebracht. Sobald derselbe genügend heiss ist, wird das Blei in kleinen Posten von 5 bis 10 k mit der Vorsicht eingetragen, erst dann einen neuen Zusatz zu geben, wenn der vorherige in Oxyd übergegangen ist. Sammelt sich nämlich eine zu grosse Menge von geschmolzenem Blei in der Schmelze an, so steigert sich bei Eintritt einer geringen Temperaturerhöhung die Reaction in dem Grade, dass ein Durchschmelzen des Kessels schwer zu vermeiden ist.

Bei obigen Verhältnissen dauert die Eintragung des Bleies 2 bis 2½ Stunden. Nach Beendigung desselben wird das Rühren noch etwa ½ Stunde lang fortgesetzt, was den Gehalt an Nitrit um einige Procente erhöht.

Zur Beobachtung der Temperatur kann man die sog. Thalpotassimeter von Schäffer & Buddenberg verwenden. Folgende Tabelle gibt ein Bild über den Verlauf des

Schmelzprocesses, wobei zu bemerken ist, dass Salpeter I und II aus gewöhnlichem Chilisalpeter, Salpeter III, IV und V aus umkrystallisirten, chlorfreier und trockener Waare bestanden. Salpeter I war stark chlorhaltig und zur Nitritbereitung wenig geeignet.

Salpeter.

Anfangstemperatur beim Beginn des Eintragens 420°	I.	II.	III.	IV.	V.
Nach ¼ St.	495°	480°	500°	480°	490°
- ½ -	480	490	525	500	500
- ¾ -	485	505	540	500	490
- 1 -	480	450	515	495	495
- 1¼ -	485	445	510	500	505
- 1½ -	480	460	490	505	510
- 1¾ -	480	455	475	510	500
- 2 -	485	460	450	495	505
- 2¼ -	480	455	450	490	495
- 2½ -	475	455	425	480	485
- 2¾ -	465	420	420	485	460
- 3 -	420	400	450	470	400
Zustand der Schmelze	Zieml. steif	Flüssig	Flüssig	Flüssig	Flüssig
Proc. Nitrit	83	92	96	95,7	97

Geübte Schmelzer bedürfen keines Apparates zum Messen der Temperatur. Dieselben erkennen an der Schnelligkeit, mit welcher das metallische Blei verschwindet, sowie an der Farbe des Oxyds, ob die Temperatur die richtige ist oder nicht.

In der Regel verläuft der Process, wie angegeben, zuweilen tritt jedoch eine zu stürmische Reaction ein, z. B. wenn die Temperatur zu hoch gestiegen ist oder wenn durch Unebenheiten im Kessel ein Festhaften von Bleioxyd stattgefunden hat. Meistens gelingt es alsdann durch Nachgeben von kaltem Salpeter, Öffnen der Feuerthüre und energisches Rühren die Schmelze zu beruhigen; gelingt dies nicht, so versuche man, den Kesselinhalt möglichst rasch in eiserne Gefässe auszufüllen. Tritt dennoch ein Durchschmelzen der Kessel ein, so wirft man, zur Vermeidung von Feuersgefahr u. dgl., rasch den Rost und das Aschenloch mit trockenem Sand zu. In diesem Falle ist der Salpeter fast ganz verloren, dagegen das Blei wieder zu gewinnen.

Bei normalem Arbeiten gelingt es, durchschnittlich 90 bis 93 Proc. des Salpeters in Nitrit zu verwandeln. Einige Procente unzersetzten Salpeters bleiben stets zurück, ebenso bilden sich stets einige Procente einer Verbindung von Bleioxyd mit Ätznatron, und zwar um so mehr, je höher die Temperatur war.

Wie bereits erwähnt, enthält das gebildete Bleioxyd noch metallisches Blei (etwa 15 bis 20 Proc.), ausserdem bilden sich

etliche Procente Bleisuperoxyd. — Man kann für Tag und Kessel 3 Schmelzen vornehmen, also mit einer Anlage von 4 Kesseln täglich 1200 k Salpeter in Nitrit verwandeln.

Lösen der Schmelze. Bei kleinerer Fabrikation wird noch hier und da die Schmelze zum Erkalten in eiserne Formen ausgegossen und nach dem Zerschlagen das Nitrit auf folgende Weise in Lösung übergeführt. Man füllt die Stücke in durchlöchernte Gefässe ein, und hängt diese in flache, mit Wasser gefüllte Pfannen. Durch Einleiten von Dampf wird alsdann die Lösung des Nitrits befördert. Diese Methode ist unvortheilhaft und zeitraubend, da sich das Nitrit nur langsam löst und in der grossen Menge des vorhandenen schweren Bleioxyds leicht unausgewaschene Klumpen zurückbleiben.

Bei grösserer Fabrikation kommt es wesentlich darauf an, das Blei so rasch wie möglich in den Process zurückzuführen; daher ist in erster Linie ein rasches Trennen des Nitrits von dem Bleioxyd erforderlich. Man erreicht dies dadurch, dass die fertige Schmelze, direct in geschmolzenem Zustande, in Wasser oder dünne Nitritlauge eingegossen wird. Zu diesem Zweck wird eine passende schmiedeiserne Pfanne, welche das Wasser enthält, neben dem Schmelzheerd aufgestellt, so dass das Ausgiessen in diese Pfanne nicht mehr Zeit erfordert, wie in die vorher erwähnten Formen. Während des Eintragens wird der Inhalt der Pfanne beständig durchgerührt, es geht alsdann die Lösung des Nitrits in kurzer Zeit vor sich. Man trägt so lange von der Schmelze ein, bis die erhaltene Lösung ein spec. Gew. von 30 bis 36° Bé. zeigt. Nach dem Absitzen wird diese in Druckfässer abgelassen und von hier in die Eindampfapparate gehoben. Vorher muss die Lösung jedoch von dem Bleioxydnatron befreit werden. Es geschieht dies am zweckmässigsten durch langsames Zusetzen von stark verdünnter Salpetersäure, bis die Lösung eine neutrale Reaction zeigt. Man kann zu diesem Zweck auch verdünnte Schwefelsäure anwenden, die erheblich billiger ist, aber Natriumsulfat in die Lösung überführt.

Das bei dem Process gebildete Bleioxyd hält noch viel Nitritlösung zurück, welche durch Auswaschen entfernt werden muss. Dies wird zweckmässig in gusseisernen länglichen Kasten ausgeführt, deren Siebböden aus einer mehrfachen Lage von Drahtgeflecht hergestellt und mit einer Decke von Sackleinen versehen sind. Die Filter müssen so stark hergestellt sein, dass sie, trotz der

erheblichen Schwere des Bleioxyds, genügende Durchlässigkeit besitzen.

Das Eindampfen der gereinigten Nitritlösung kann sowohl durch directes Feuer, wie durch gespannten Dampf ausgeführt werden. Man benutzt hierfür flache schmiedeiserne Pfannen von entsprechender Grösse. Geschieht das Eindampfen durch Dampf, so lässt sich das gebildete Dampfwater zweckmässig zum Auswaschen des Bleioxyds verwenden. Man dampft die Lösungen auf 42 bis 44° Bé., je nach der Jahreszeit, ein und benutzt als Krystallisirgefässe entweder flache, mit Blei ausgeschlagene Holzkasten oder aus Schmiedeisen hergestellte sog. Schiffe von etwa 2,5 m Länge, 1 m oberer Breite und 333 mm mittlerer Höhe. Die frische Nitritlösung liefert eine Krystallisation, welche nach dem Schleudern und Trocknen direct aus Nitrit von der handelsüblichen Stärke von 96 bis 98 Proc. besteht. Die Mutterlaugen hiervon geben bei weiterem Verdampfen naturgemäss Salze von stets geringerem Nitritgehalt. Es ist daher erforderlich, 3 bis 4 Eindampfpfannen aufzustellen, und durch systematisches Auflösen der geringwerthigen Salze in den nächst besseren Lauen diese Salze allmählich in verkaufsfähige Waare überzuführen. In den letzten Mutterlaugen sammeln sich die Fremdsalze dergestalt an, dass sie auf vorstehendem Wege nicht verworthen werden können; man bringt dieselben daher in einem besonderen Kessel zum Trocknen und setzt das erhaltene Product in kleinen Posten den frischen Schmelzen zu.

Verwerthung des Bleioxyds. Wie aus Vorstehendem hervorgeht, sind für 1 Th. Nitrit etwa 4 Th. Blei erforderlich, welches zum grössten Theil in Bleioxyd übergeht. Die richtige Verwerthung des letzteren ist daher für die Rentabilität der ganzen Fabrikation ausschlaggebend.

Das Oxyd eignet sich, wie bereits erwähnt, besonders zur Mennigefabrikation. Es enthält, wenn dasselbe gut ausgewaschen und getrocknet wird, etwa 90 Proc. Blei. Das Trocknen kann mit Leichtigkeit auf dem Heerde eines Flammofens ausgeführt werden. Wird hierbei für genügenden Luftzutritt gesorgt, so gelingt es leicht, das in dem Oxyd enthaltene metallische Blei gleichzeitig zu oxydiren. Wird das getrocknete Oxyd fein gemahlen, so ist dasselbe auch für Glasurzwecke in Töpfereien u. s. w. verwendbar. In gleicher Weise eignet es sich zur Herstellung von salpetersaurem Blei, auch wohl zu derjenigen von ordinärem Bleizucker.

Unter Umständen kann es jedoch auch

vortheilhaft sein, das Bleioxyd an Ort und Stelle wieder in metallisches Blei für den Nitritprocess zurückzuführen. Diese Reduction geht sehr leicht von Statten. Sie verursacht keine grossen Kosten, da man das Blei direct vom Reductionsofen in die erwähnten, zur Nitritfabrikation geeigneten Bänder ausgiessen kann, also die Kosten für das Einschmelzen und Ausgiessen von angekauftem Blockblei wegfallen.

Zur Reduction dient gute Holzkohle mit möglichst geringem Aschengehalt. Diese wird in einer flachen, gusseisernen Schale, aus bestem Eisen hergestellt, vorgenommen. Die Schale wird in einen Ofen eingemauert, wobei es zweckmässig ist, den Ofen hinter der Schale noch um einige Meter zu verlängern. Auf diesem Hinterheerd kann alsdann das Trocknen des Bleioxyds vorgenommen werden. Wird das Oxyd vor dem Ofen in hohen Haufen aufgeschichtet, so sickert das Wasser bis auf etwa 6 Proc. ab. In diesem Zustande kann das Oxyd, nach dem Vermischen mit 7 bis 10 Proc. fein gemahlener Holzkohle, direct in den Ofen eingefüllt werden, ohne dass der betr. Arbeiter durch giftigen Staub gefährdet wird, da dieser Rückhalt an Wasser Staubbildung verhindert.

Man schützt die Reductionsschale zweckmässig, indem man ihren inneren Rand ringsum mit einer Schicht feuerfester Steine auskleidet. Trotzdem tritt nach Gebrauch von 2 bis 3 Monaten ein Springen der Schale ein, was ja bei allen grossen Gusskörpern, die einem häufigen und starken Temperaturwechsel unterworfen sind, nicht zu vermeiden ist. Es ist daher zweckmässig, in dem Mauerwerk des Ofens, unter der Pfanne, noch eine Eisenplatte mit schwacher Neigung nach vorn einzumauern, damit das Blei bei eintretendem Springen der Schale nach Aussen abfliessen muss, während es sonst bei seiner erheblichen Schwere tief in das Mauerwerk eindringt.

Bei der grossen Leistungsfähigkeit eines solchen Ofens und dem geringen Aufwand an Brennmaterial und Arbeitslöhnen sind die für 100 k wiedergewonnenes Blei erwachsenden Kosten nur unerheblich.

Durch Angriff des geschmolzenen Bleioxyds auf die zur Ausmauerung verwandten Steine, durch die Asche der verwandten Holzkohle und den Flugstaub des Brennmaterials bildet sich eine bleihaltige Schlacke, die von Zeit zu Zeit abgestochen werden muss. Sie enthält 12 bis 25 Proc. metallisches Blei und wird von Hüttenwerken angekauft.

Der Vortragende macht hierauf noch

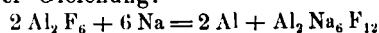
einige Mittheilungen über die Anlagekosten einer Nitritfabrik, den Situationsplan für eine solche, ferner über den Gestehtungspreis des Nitrits. —

Gewerberath Müller legt Proben künstlicher Seide von Chardonnnet vor. (Vgl. Fischer's Jahresb. 1889, 1132.)

Nach längerer Besprechung der Abwasserfrage wird beschlossen, am 10. Mai der freundlichen Einladung nach Nienburg zu folgen. —

Ausflug nach Nienburg. Am 10. Mai Mittags fuhren 33 Mitglieder nach Nienburg, wo sie von den dort wohnenden Mitgliedern, denen sich der Hr. Bürgermeister der Stadt Nienburg angeschlossen hatte, freundlichst empfangen wurden. Nach Einnahme des in liebenswürdigster Weise von Frau Dr. Lüddecke gebotenen Kaffees mit „Nienburger Bisquit“ ging's rasch zur

Aluminiumanlage von Ludw. Grabau, welche unter freundlicher Führung des Besitzers eingehend besichtigt wurde. Um zunächst den Endprocess zu zeigen, wurde ein etwa halb mit Fluoraluminium gefüllter Tiegel in einem tragbaren Ofen auf etwa 600° erhitzt, der Tiegel herausgenommen, die der Gleichung:



entsprechende Menge Natrium, welches kurz vorher umgeschmolzen war, in einem Stück auf das glühende Fluoraluminium gelegt und der Deckel aufgelegt. Die nach wenigen Minuten beendigte Reaction verlief so ruhig, dass der Arbeiter den Deckel leicht mit der Hand festhielt. Später wurde dann noch eine Reduction in grösserem Massstabe so durchgeführt, wie d. Z. 1889 S. 150 beschrieben ist, nur wurde das Natrium wieder in einem festen Stück auf das glühend heisse Fluoraluminium gelegt und statt des Gefässes mit gekühlten Wandungen einfach ein kalter Tiegel verwendet, wie bereits d. Z. 1889 S. 616 bemerkt ist. Das Aluminium fand sich in einem Stück am Boden des Tiegels. Der gebildete Kryolith wird wieder im Fluoraluminium übergeführt:

$\text{Al}_2 \text{Na}_6 \text{F}_{12} + \text{Al} (\text{SO}_4)_3 = 2 \text{Al}_2 \text{F}_6 + 3 \text{Na}_2 \text{SO}_4$
wie d. Z. 1889 S. 491 beschrieben wurde.

Viel Interesse erregte dann der Apparat zur elektrolytischen Herstellung von Natrium und Kalium (S. 337 d. Z.).

Nun wurde die Weinsäurefabrik, die Fabrik künstlicher Düngemittel und schliesslich unter freundlicher Führung des Hrn. Director Himly die grosse Glashütte mit mächtigen Wannenöfen besucht. Von der Güte der hier hergestellten Flaschen zeugten die Ergebnisse der vorgenommenen Druckproben.

Ein heiteres Essen beendete den ersten technischen Ausflug des Bezirksvereins. Den Nienburger Freunden besten Dank!

F.

Württembergischer Bezirksverein.

Sitzung vom 3. Mai 1890. Vorsitz. Prof. v. Marx, Schriftf. Dr. Seelig. Anwesend 21 Mitglieder und Gäste. Dr. Warth hält einen Vortrag über Bergbau und chemische Producte in Ostindien.

Die wichtigsten Bergbauprodukte in Ostindien sind Kohle, Eisen und Steinsalz. Kohle findet sich in der Kohlenformation in Becken, welche eine Gesamtoberfläche von etwa 50 000 qkm haben und von Centralindien aus ostwärts und südostwärts der Bai von Bengalen zu sich anreihen. Die Kohle wird hauptsächlich von den Eisenbahnen verbraucht und steht der eingeführten englischen Kohle nur durch einen grösseren Aschengehalt nach. Eine von Dr. H. Warth eröffnete Kohlengrube zu Dandot im Pandschab macht eine Ausnahme, indem das dortige 1 m mächtige Flötz nicht der eigentlichen Kohlenformation angehört, sondern auf die Kreide folgt.

Eisenerze von grosser Reinheit finden sich in Centralindien und auch im Himalaya. Die ursprüngliche Eisen- und Stahlarbeit wird jetzt sehr wenig betrieben, kann aber doch noch gesehen werden. Direct aus dem reinen Magneteseisenstein oder Rotheisenerz machen die Eingeborenen in sehr kleinen Öfen mittels Holzkohlen und Handgebläse Stahl und Schmiedeeisen. Versuche, die Eisenindustrie in grösserem Maassstabe auszuführen, sind wiederholt gescheitert. Nur ein Werk besteht, zu Barakar 150 km von Kalkutta, welches Eisenerz in Fülle hat und in einem Kohlenbecken liegt. Es fabricirt mittels zweier Koksöfen Gusswaaren, Eisenbahnschwellen und besteht die Concurrenz des in Kalkutta eingeführten englischen Roheisens.

Von Steinsalz hat Indien reiche Lager im Norden. Die 200 km lange Salzkette hat sehr reines Steinsalz, bis 70 m mächtig, und grösstentheils zu Tage anstehend aus Cambrischer Zeit. Gleich dabei ist das 70 km lange Salzgebiet von Kohat mit bis 300 m mächtigem Salz und einem Thal, 3 km lang und 0,5 km breit, ganz aus frei anstehendem Steinsalz. Dieses Salz gehört zum Ende der mesozoischen Zeit. Ein kleineres Salzgebiet ist in den Himalayas im Staat Mandi, welches unrein ist und durch das gänzliche Fehlen von Gyps bemerklich ist.

Der Sambharsee in Radschputana liefert jährlich 100 000 t Salz durch Verdampfung.

Ausser Chlornatrium enthält der See auch schwefelsaures und kohlen saures Natrium und, wie ganz neulich im Laboratorium des K. Polytechnikums in Stuttgart entdeckt wurde, auch Borax.

Das auswitternde Wüstensalz in Indien enthält ebenfalls Chlornatrium nebst schwefelsaurem und kohlen saurem Natrium. Es wird sich zeigen, ob es vielleicht auch Borax enthält.

Von den Eingeborenen wird anstatt Soda, sogenanntes Sadschi, die zusammengesetzte Asche einer Salzwüstenpflanze (Lana) benutzt.

Etwas Salmiak wird in Indien als ein Nebenproduct gewonnen beim langsamen Brennen von Backsteinen mittels Dünger und anderen brennbaren Abfällen. Er setzt sich in dünnen Lagen aus dem Rauch auf den noch kalten Steinen ab.

Salpeter wird durch Auslaugen der Erde alter Dörfer und Viehplätze gewonnen und ist anfänglich mit sehr viel Kochsalz vermischt, welches durch Umkrystallisiren vermindert wird.

Alaun wird von den Eingeborenen im Pandschab auf ganz richtige Art aus Alaunschiefer dargestellt, jedoch unter Aufopferung von Salpeter behufs der Kalibeigabe.

Die zur gewöhnlichen Schrift der Eingeborenen benutzte Tinte wird aus Lampenruss dargestellt, ist also der chinesischen Tusche ähnlich.

Kalkmörtel wird in Indien stets mit rothgebranntem, gepulvertem Thon gemischt und nicht mit Sand, auch für Tagbauten. Für Wasserbauten dient derselbe gepulverte Thon mit einem hydraulischen Kalk gemischt. Dieser hydraulische Kalk, Kanker genannt, wird in der Ebene ausgegraben in der Gestalt verzweigter Knollen, welche sich aus dem Grundwasser im Boden bilden und aus stark thonigem Kalk bestehen.

Unter dem Namen Kattah wird mit der Arecanuss, etwas Kalk und einem Blatt zusammen ein ziemlich reines Catechin gekaut; dasselbe wird aus dem Holz von Acacia Catechu ähnlich wie Catechu dargestellt. Das an Catechin reichste Holz wird ausgekocht und aus der eingedampften gerbsäurereichen Lösung scheidet sich beim Stehen das Catechin ab. Versuche ergaben höchstens 9 Proc. Catechin aus dem an Catechin reichsten Holz vom Fuss des Himalaya im nördlichen Indien.

Eine einzige Redn. bekannte chemische Fabrik nach neuerem Muster existirt zu Kalkutta, wo Dr. Waldie unter Anderem Schwefelsäure aus eingeführtem Schwefel herstellt.

Satzungen der Bezirksvereine. Um vielfachen Anfragen wegen Satzungen von zu bildenden Bezirksvereinen zu entsprechen mögen die Satzungen des württembergischen Bezirksvereins der deutschen Gesellschaft für angewandte Chemie folgen:

Zweck. Satz 1. Fussend auf den Bestrebungen des Hauptvereins macht sich der Bezirksverein die Pflege des persönlichen Verkehrs und des mündlichen Meinungsaustausches durch regelmässige Zusammenkünfte zur Aufgabe.

Seinen praktisch thätigen Mitgliedern soll dadurch die Fühlung mit der Wissenschaft, seinen wissenschaftlich thätigen Mitgliedern die Fühlung mit der Praxis, beiden die Vertretung ihrer Interessen erleichtert werden.

Durch die ungezwungenen Zusammenkünfte soll ferner ein gemüthlicher kollegialer Verkehr unter den Mitgliedern herbeigeführt werden.

Satz 2. Der Bezirksverein als solcher wird corporatives Mitglied des Hauptvereins.

Sitzungen. Satz 3. Der Bezirksverein hält regelmässig alle Monate eine Sitzung ab mit Ausnahme der Monate Juli, August und September, in welchen keine Sitzungen stattfinden.

Zu den Sitzungen wird durch Postkarte eingeladen.

Mitgliedschaft. Satz 4. Der württembergische Bezirksverein besteht aus ordentlichen und ausserordentlichen Mitgliedern.

Ordentliches Mitglied des Bezirksvereins kann nur werden, wer Mitglied des Hauptvereins ist.

Wer nicht Mitglied des Hauptvereins zu werden wünscht, kann als ausserordentliches Mitglied dem Bezirksverein beitreten und als solches allen Sitzungen anwohnen.

Satz 5. Nur die ordentlichen Mitglieder haben das Recht, Gäste in den Bezirksverein einzuführen und Vorschläge zur Aufnahme von Mitgliedern zu machen.

Solche Vorschläge sind in einer der Sitzungen des Vereins vorzubringen. Die Aufnahme findet statt, wenn bis zur nächsten Sitzung eine Einsprache nicht erhoben wird.

Sollte ein Einspruch erhoben werden, so ist Abstimmung erforderlich. $\frac{3}{4}$ Mehrheit der anwesenden ordentlichen Mitglieder entscheidet.

Austritt. Satz 6. Der Austritt aus dem Verein erfolgt nach schriftlicher, an den Vorsitzenden zu richtenden Austrittserklärung.

Ausschluss. Satz 7. Der Ausschluss aus dem Verein erfolgt, wenn auf zweimalige Mahnung der verfallene Jahresbeitrag nicht bereinigt wird.

Ausserdem kann ein Ausschluss aus dem Verein herbeigeführt werden, wenn mindestens $\frac{3}{4}$ der sämtlichen ordentlichen Mitglieder des Vereins demselben beistimmen.

Jahresbeitrag. Satz 8. Der Jahresbeitrag für den Bezirksverein beträgt für ordentliche wie ausserordentliche Mitglieder 3 Mark, zahlbar am Anfang eines jeden Jahres.

Geschäftsführung. Satz 9. Die Geschäftsführung des Vereins besorgen:

- ein 1ter Vorsitzender,
- ein 2ter Vorsitzender,
- ein Kassier,
- ein 1ter Schriftführer,
- ein 2ter Schriftführer.

Die Geschäftsführenden müssen ordentliche Mitglieder des Vereins sein.

Die Wahl zu den Ämtern wird durch einfache Stimmenmehrheit entschieden.

In der letzten Sitzung eines jeden Jahres ist von den Geschäftsführenden Rechenschaft über den Stand des Vereins abzulegen und haben die Neuwahlen stattzufinden. Der 1te Vorsitzende ist in unmittelbarer Folge nur einmal wieder wählbar.

Satzungsänderung. Satz 10. Eine Satzungsänderung erfolgt, wenn sie von 10 ordentlichen Mitgliedern unterstützt, 2 Monate vor der Beschlussfassung den Mitgliedern bekannt gegeben und schliesslich mit $\frac{2}{3}$ Mehrheit gutgeheissen wird. —

Der hannoversche Bezirksverein hat nur folgende Bestimmungen beschlossen:

Der Verein besteht aus ordentlichen Mitgliedern (welche zugleich Mitglied der D. G. f. ang. Chem. sind und somit auch die Zeitschrift erhalten) und ausserordentlichen Mitgliedern (jüngere Fachgenossen). Die Geschäfte werden von einem Vorstande besorgt. Der Jahresbeitrag wurde auf 3 M. festgesetzt. (Vgl. d. Z. 1889, 536).

In der Januarsitzung d. J. wurde ferner beschlossen: Neu aufzunehmende Mitglieder (akademische Bildung vorausgesetzt) werden von einem ord. Mitglieder in der Vereinsitzung vorgeschlagen. Wird bis zur nächsten Sitzung kein Widerspruch erhoben, so ist damit die Aufnahme erfolgt, anderenfalls findet Abstimmung statt, bei welcher $\frac{3}{4}$ Mehrheit der anwesenden ord. Mitglieder zur Aufnahme erforderlich ist.

Zum Mitgliederverzeichniss.

Als Mitglieder der Deutsch. Ges. f. ang. Chem. werden vorgeschlagen:

Dr. E. Fanger, Director der chemischen Fabrik zu Schöningen (durch Dr. Sachtleben).

L. Grabau, Ingenieur, Hannover (durch Ferd. Fischer).

Württembergischer Bezirksverein d. D. G. für ang. Chem. als corporatives Mitglied.

Der Vorstand.

Vorsitzender: **G. Lunge**.

Schriftführer: **F. Fischer**.