

baryum gefällt. In der gleichen Menge der zum Versuch verwendeten Bromsalzsäure, Bromwasser und Waschwasser wurde ebenfalls die geringe Menge von Schwefelsäure ermittelt und bei der Rechnung berücksichtigt. Es wurde gefunden 0,070 Proc. Schwefel, die Gegenprobe ergab 0,071 Proc. Der in concentrirter Salzsäure unlösliche Rückstand wurde filtrirt, mit Königswasser behandelt, 5 cc Sodalösung zugegeben, eingedampft, in Salzsäure und Wasser aufgenommen, filtrirt und mit Chlorbaryum versetzt. Derselbe zeigte bei dieser Behandlung nur Spuren von Schwefel.

2. Versuch: Es wurde ebenfalls concentrirte Salzsäure von 1,19 sp. G. zum Lösen des Eisens verwendet, nur wurde eine ammoniakalische Lösung von schwefelsäurefreiem Wasserstoffsuperoxyd zur Oxydation des Schwefelwasserstoffes benutzt. Es wurde gefunden 0,071 Proc. Schwefel, die Gegenprobe ergab 0,067 Proc. Der in concentrirter Salzsäure unlösliche Rückstand erwies sich auch hier frei von wägbaren Schwefelmengen.

Da Meineke bei seiner Arbeit nicht concentrirte Salzsäure, sondern eine Salzsäure von etwa 1,10 sp. G. (1 Vol. Säure v. 1,19 und 1 Vol. Wasser) zum Lösen der Eisenproben benutzte, so wurde bei den folgenden Versuchen ebenfalls eine verdünnte Salzsäure von 1,10 sp. G. angewendet.

3. Versuch: 10 g derselben Eisenprobe wurden in verdünnter Salzsäure gelöst und einmal durch Bromsalzsäure, ein andermal durch Wasserstoffsuperoxyd die Oxydation vollzogen. Bei Anwendung von Bromsalzsäure wurde gefunden 0,048 Proc. Schwefel, die Gegenprobe ergab 0,045 Proc. Schwefel. Bei Anwendung von ammoniakalischem Wasserstoffsuperoxyd wurde gefunden 0,048 Proc. Schwefel, die Gegenprobe ergab 0,048 Proc. Die in verdünnter Salzsäure unlöslichen Rückstände erwiesen sich als stark schwefelhaltig. Diese unerwarteten Resultate haben mich veranlasst, mit einer Probe sehr manganarmem Graueisen mit 0,09 Proc. Kupfer Versuche in der gleichen Weise durchzuführen.

Es wurden daher je 10 g der gut gemischten Durchschnittsprobe einmal in concentrirter Salzsäure von 1,19 sp. G., ein andermal in verdünnter Salzsäure von 1,10 sp. G. gelöst und der Schwefelwasserstoff mit Bromsalzsäure oxydirt. Im Übrigen wurden die gleichen Vorsichtsmaassregeln, wie bei den früheren Versuchen, angewendet. Beim Lösen in concentrirter Salzsäure wurde gefunden 0,221 Proc. Schwefel, die Gegenprobe ergab 0,216 Proc. Beim Lösen in verdünnter Salzsäure von 1,10 sp. G. wurde gefun-

den 0,149 Proc. Schwefel, die Gegenprobe ergab 0,157 Proc. Der in concentrirter Salzsäure unlösliche Rückstand erwies sich als schwefelfrei, der in verdünnter Salzsäure unlösliche Rückstand als schwefelhaltig.

Aus diesen Versuchen glaube ich den Schluss ziehen zu dürfen, dass die sogen. Schwefelwasserstoffmethoden für die Bestimmung des Schwefels im Eisen bei Anwendung von concentrirter Salzsäure ihre Brauchbarkeit für die Praxis nicht verloren haben und dass eine Ursache, warum Meineke gar so schlechte Erfahrungen damit gemacht hat, darin zu suchen ist, dass er nicht concentrirte Salzsäure, sondern eine verdünnte Säure von 1,10 sp. G. für seine Versuche verwendet hat.

Eisenwerk Witkowitz, Nov. 1892.

Hüttenwesen.

Entsilberungskessel von E. Honold (D.R.P. No. 65 296) besteht aus einem eingemauerten Kessel *A* (Fig. 1), unter welchem sich die Feuerung *B* befindet, deren Feuergase auch den Kessel *C* umpulven. Letzterer

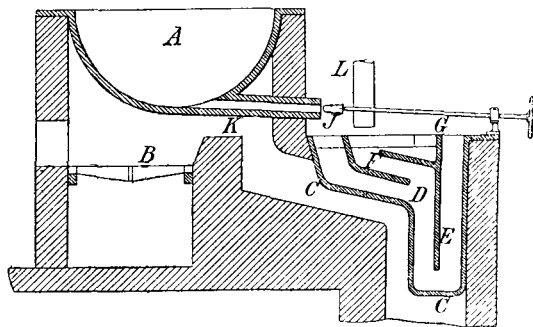


Fig. 1.

ist von viereckiger Form und hat die geneigt liegende Scheidewand *D*, die senkrechte Scheidewand *E*, welche bis nahe zum Boden reicht, und eine mit letzterer zusammenhängende, geneigt liegende Scheidewand *F* und die beiden neben einander liegenden Ausflusssrinnen *G* und *H*. In dem Kessel *A* wird das Zink eingeschmolzen, welches durch das mit dem Kegel *J* zu verschliessende Abflussrohr *K* in die erste Abtheilung des Kessels *C* abgelassen wird; das Blei wird mittels eines Hebers *L* o. dgl. aus dem Bleischmelzkessel in die zweite Abtheilung des Kessels *C* abgelassen. Das Zink fliesst um die Unterkante der Scheidewand *D* nach oben und um die Oberkante der Scheidewand *F* herum über die Ausflusssrinne *G*

weg, mischt sich dabei mit dem abwärts strömenden Blei und nimmt dessen Silber in sich auf. Die Metallbäder müssen beide eine Temperatur von 450 bis 500° erreicht haben, ehe sie abgelassen werden.

Das abfließende Zink wird in Formen geleitet, später, um möglichst stark mit Silber angereichert zu werden, in den Kessel *A* zurückgebracht und bei der folgenden Entsilberung wieder benutzt. Ist ein gewisser Grad der Anreicherung erreicht, so wird ein bestimmter Theil der Silberzinklegirung zur weiteren Verarbeitung auf Silber ausgeschieden und neues Zink zugesetzt. Das in die zweite Abtheilung des Kessels *C* laufende Blei geht durch das Zink hindurch, unten um die Scheidewand *E* herum und fließt über die Rinne ab; dasselbe lässt sein Silber im Zink zurück und wird der angegebenen Temperatur entsprechend ungefähr 1,3 bis 1,4 Proc. Zink aufnehmen. Ungefähr die Hälfte dieses Zinks wird als Schaum ausgeschieden, welcher in den Kessel *A* gebracht wird. Dadurch wird der Schaum in Zink und Blei zerlegt; letzteres wird von Zeit zu Zeit durch den Ausfluss *K* abgelassen, während das Zink für die folgende Entsilberung im Kessel zurückbleibt. Das Blei, welches entsilbert den Apparat verlässt und vom Schaum befreit worden ist, wird auf die gewöhnliche Weise weiter verarbeitet.

Zum Überhitzen des Eisens in der Birne, um die Herstellung von Gussstahl bei Beschickungen von etwa 100 k zu ermöglichen, setzen Ch. Walrand und E. Legenisel (D.R.P. No. 64 950) beim Verschwinden der Kohlenstoffflamme Silicium oder Phosphor bez. deren Legirung zu und fahren mit Blasen so lange fort, bis diese verbrannt sind. Eine Beschickung von 100 bis 1000 k Hämatit wird z. B. in der Bessemerbirne in der ersten Periode 8 bis 12 Minuten, in der zweiten Periode 6 bis 10 Minuten lang behandelt; dann setzt man 2 bis 7 Proc. geschmolzener Siliciumlegirung hinzu und fährt mit dem Blasen fort, bis die Kohlenstoffflamme wieder erscheint, was nach etwa 1 bis 2 Minuten eintritt, je nach dem Verhältniss des zugesetzten Siliciums. Dann stellt man das Blasen ein und versetzt das Bad, wie beim Bessemerverfahren, mit den Sauerstoff beseitigenden Zusätzen (Ferromangan, Spiegeleisen, Ferrosilicium geschmolzen oder in Stücken) und bewirkt dann den Guss, wobei das geschmolzene Metall, ohne Rückstand zu hinterlassen, aus der Giesskelle fließt.

Zur Herstellung von Legirungen von Eisen und Nickel wird nach E. F. Wood (Amer. Man. 1892 S. 233) Nickeloxyd oder nickeloxydhaltendes Nickelerz (letzteres ist wegen seiner leichteren Reducirbarkeit vorzuziehen) fein gepulvert und mit 3 Th. Kohlenpulver gemischt. Die Masse wird unter Zusatz von einem Bindemittel, z. B. Theer oder Wasserglas, zu festen Ziegeln gepresst und getrocknet, bez. schwach geglüht. Von diesen Ziegeln werden die Zusätze gemacht je nach dem gewünschten Nickelgehalt des fertigen Products unter Zuzählung von etwa 10 Proc. für die Verschlackung. Sollen sie im Flammofen Verwendung finden, so werden sie auf die Sohle des Ofens gebracht und das Roheisen auf dieselben gelegt. Im Übrigen wird der Satz ganz wie gewöhnlich behandelt und zu Ende geführt. Das schmelzende Roheisen fließt ab, kommt in Berührung mit den Nickelziegeln und bringt diese in die zur Reduction nöthige Temperatur. Das so entstandene Nickel wird in dem Eisen aufgelöst und es entsteht allmählich eine gleichmässige Mischung. Ist der Ofen basisch zugestellt, so werden zuerst die Ziegel, dann der Kalk und zuletzt das Eisen eingebracht. Bei der Birne werden die Ziegel einfach hineingeworfen, ehe das Roheisen eingelassen wird, und wie sonst geblasen. Auch können die Ziegel in die Giesspfanne gelegt werden. Das fertig geblasene Flusseisen ist heiss genug, um eine vollständige Reduction herbeizuführen.

v. R.

Bestimmung von Zinn in Zinnerz. Nach H. W. Rennie und W. H. Derrick (Soc. Chem. Ind. 1892 S. 662) ist die gewöhnliche Methode, um annähernd den Zinngehalt in einer Zinnerzprobe zu bestimmen, die Bestimmung des Gehaltes an Cassiterit. Da dieses Mineral ein sehr hohes spec. Gewicht hat, so gelingt es einer geübten Hand leicht, mittels des Setzbrettes die leichten Mineralien wegzuschlämmen und übereinstimmende Zahlen zu erhalten. Dass dieses Verfahren nur annähernd sein kann, ergibt sich daraus, dass der Cassiterit als solcher immer mehr oder weniger durch Eisenoxyd und Kieselsäure verunreinigt ist. Handelt es sich dagegen um eine genaue Feststellung des Gehalts an metallischem Zinn, so muss naturgemäss die chemische Analyse in ihre Rechte treten. Die Verf. haben die verschiedenen Methoden, die vorgeschlagen sind, geprüft, und sind zu folgendem Verfahren gelangt, mit welchem sie vorzügliche Ergebnisse erhalten haben.

25 g feines gepulvertes Erz werden 1/2 Stunde

mit 120 cc HCl und 20 cc HNO₃ gekocht. Hierdurch werden Eisenoxyd und sonstige metallische Beimengungen in Lösung gebracht. Die Flüssigkeit wird abgessogen und der Rückstand mittels Decantirung sorgfältig ausgewaschen. Zur Entfernung der Kieselsäure wird der Rückstand auf das Setzbrett gebracht. Durch kreisförmige Bewegung desselben sammelt sich das Erz in der Mitte und die vorhandene Kieselsäure liegt als weisses Pulver darauf. Wird nun die Bewegung so geändert, dass das Wasser nach einer Seite abfließt, so nimmt es die Kieselsäure vollständig und ohne irgend einen Verlust an Zinn fort. Der so gereinigte Cassiterit wird getrocknet und gewogen. Nunmehr wird das Zinn durch Schmelzen mit Cyankalium bestimmt. Zu diesem Zwecke werden in einem feinkörnigen hessischen Tiegel von etwa 75 mm Höhe und 60 mm Weite 20 g reines, gepulvertes und getrocknetes Cyankalium festgepresst. (Das Cyankalium darf nur 2 bis 3 Proc. Verunreinigungen halten.) Hierauf wird ein Gemisch von 5 g des gereinigten Zinnerzes und 30 g getrocknetem Cyankalium in den Tiegel gebracht und mit Cyankalium gedeckt. Nun wird der Deckel aufgelegt und der Tiegel in eine rothglühende Muffel geschoben. Der Tiegel wird 10 Minuten lang bei Kirschrothglut gehalten, dann zum Herunterbringen etwa an den Wänden haftender Zinnkörnchen ein wenig geschüttelt. Nun wird die Hitze auf helle Rothglut verstärkt, worauf nach 5 Minuten der Tiegel herausgenommen wird, so dass die Schmelze im Ganzen 15 Minuten dauert. Nach dem Abkühlen wird der Regulus abgewaschen und gewogen. Der Regulus enthält das gesammte Zinn ganz frei von Beimengungen. Wenn man aber die Temperatur nicht innehält, entstehen leicht kleine Verluste. Ist die Temperatur zu niedrig, so dass die Schlacke nicht in vollen Fluss kommt, so hält sie leicht kleine Zinnkörnchen zurück. Ist die Temperatur dagegen zu hoch, so droht Verlust durch Verflüchtigung. Man muss besonders darauf achten, dass die Bestandtheile der Mischung vollkommen trocken sind, ehe sie in den Tiegel kommen, und dass letzterer möglichst glattwandig ist.

Bestimmung von Zinn in Zinnerz. E. H. Miller (J. Anal. 1892 S. 441) hat ebenfalls die verschiedenen Methoden zur Bestimmung von Zinn in Zinnerz (Cassiterit) studirt. Auf Grund einer Reihe von Untersuchungen kommt er zu dem Ergebniss, dass nur folgende Verfahren sich dazu eignen:

1. Deutsche Probe: 5 g Erz werden mit

1 g fein gepulverter Holzkohle in einen hessischen Tiegel gebracht und mit einer Mischung von 10 g Soda, 3 g Mehl und 1 g Boraxglas gedeckt. Hierauf kommt noch ein Lager von Salz und einige Stücke Holzkohle. Der Tiegel wird dann eine Stunde in Weissglut gehalten. Bei einem Erz wurde im Mittel 63,92 Proc. Sn, bei einem Maximum 66,83 und Minimum 62,00 erhalten.

2. Cyankaliumprobe: 5 g Cyankalium werden auf den Boden eines hessischen Tiegels gebracht. Hierauf wird ein Gemisch von 25 g Cyankalium mit 5 g Erz eingelegt, mit 5 g Cyankalium und zum Schluss mit Salz gedeckt. Der Tiegel wird dann 25 Minuten heller Rothglut ausgesetzt. Dasselbe Erz ergab als Mittel 65,19 Proc., Maximum 66,83, Minimum 63,62.

3. Cyankalium-Kupferprobe. Zu der obigen Mischung werden noch 10 g reines Kupferoxyd gefügt und dann 45 Minuten stark erhitzt. Daneben wird ein blinder Versuch ohne Zinnerz gemacht und das Gewicht des letzten Regulus von dem Gewicht des ersten abgezogen. Mittel 63,95, Maximum 64,70, Minimum 63,19.

(Diese Methoden stehen so erheblich der oben erwähnten von Rennie und Derrick nach, sowohl an Genauigkeit wie an Sicherheit der Ausführung, dass sie kaum mehr als vorübergehendes Interesse beanspruchen können, besonders da der Verfasser gar zu bescheiden sich mit Differenzen bis 5 Proc. begnügt.)

v. R

Zur Bestimmung von Gold, Zinn und Cadmium in Legirungen wird nach W. French (Chem. N. 66 S. 133) die Legirung zum Lösen des Zinns und Cadmiums mit möglichst wenig Salzsäure erwärmt. Nach erfolgter Auflösung wird das zurückgebliebene Gold abfiltrirt und gewogen, das Filtrat mit Kaliumcarbonat nahezu neutralisirt, 5 cc Wasserstoffsuperoxyd hinzugefügt, die Flüssigkeit auf etwa 500 cc verdünnt und zum Sieden erhitzt. Hierbei fällt das Zinn als Zinnsäure in einem zum Waschen und Filtriren sehr geeigneten Zustand aus. Das Filtrat wird eingedampft und das Cadmium siedend mit Kaliumcarbonat gefällt.

Zur Bestimmung von Silber, Blei und Zink in bleihaltigen Blenden werden nach E. Aubin (Chem. N. 66 S. 184) 10 g des fein gepulverten Erzes in einem Erlenmeyerkolben von 1 l mit 50 cc rauchender Salpetersäure übergossen. Der Inhalt des Kolbens wird dann zum Sieden erhitzt und zur Trockne verdampft. Der Rückstand wird mit 20 cc verdünnter Salpetersäure erwärmt und, nachdem das Eisen in Lösung gegangen, auf etwa 400 cc verdünnt und mehrfach umgeschüttelt. Man lässt die Flüssigkeit sich nun vollständig klären, giesst durch ein gewogenes Filter

und wäscht den Niederschlag aus. Nachdem letzterer getrocknet und gewogen, wird derselbe mittels eines Pistills zerdrückt und mit 30 bis 40 cc einer warmen, alkalischen, etwa 20proc. Lösung von Natriumtartrat behandelt. Ist das Bleisulfat in Lösung gegangen, so wird auf das gewogene Filter wieder abfiltrirt und der Rückstand, Gangart und Kieselsäure, getrocknet und gewogen. Der Unterschied der beiden Gewichte ergibt das Bleisulfat.

Das Zink und Silber enthaltende Filtrat wird auf 500 cc gebracht. In 50 cc der Flüssigkeit (1 g Erz entsprechend) wird das Zink wie gewöhnlich bestimmt. Zur Bestimmung des Silbers werden die übrigen 450 cc in einer Schale zu 20 bis 30 cc eingedampft. Beim Abkühlen krystallisirt der grösste Theil des Zinksalzes aus. Die Mutterlauge wird abgegossen und zur Fällung etwa vorhandenes Silber mit 1 g reinem Kochsalz versetzt.

Um Ferrochrom in Lösung zu bringen, benutzt H. N. Warren conc. Schwefelsäure (Chem. N. 66 S. 186). Das auf das Feinste gepulverte Ferrochrom wird in einem Kolben mit conc. Schwefelsäure erwärmt. Da hierbei eine heftige Entwicklung von Schwefligsäure stattfindet, so muss sehr vorsichtig erwärmt werden. Ist die Hauptreaction vorüber, so wird bis zum Auftreten von Schwefelsäuredämpfen erhitzt. Es gelingt so, in kurzer Zeit das Ferrochrom vollkommen in Lösung zu bringen. Nach Zusatz von etwas Salzsäure wird verdünnt, filtrirt und die Bestimmung wie gewöhnlich ausgeführt.

v. R.

Zur Bestimmung von Chrom in Chromerz gibt E. Waller und H. T. Vulté folgendes Verfahren an (Chem. N. 66 S. 17). Der feinst gepulverte Chromeisenstein wird in einem Platintiegel mit 5- bis 6facher Menge Boraxfluss geschmolzen. Der Boraxfluss wird durch Zusammenschmelzen von 110 Th. kohlsaurem Kalinatron und 140 Th. Borax erhalten. Die Schmelze wird auf ein Blech ausgegossen, grob gepulvert und in einem Stöpselglas aufbewahrt. Beim Aufschliessen wird der Fluss zuerst geschmolzen und das Chromerz nach dem Erkalten über die Oberfläche ausgebreitet. Am besten geschieht die Schmelze in einer kleinen flachen Schale; auch kann man den Deckel eines grösseren Platintiegels vortheilhaft anwenden. Die Schmelze wird häufig mit einem Platindraht umgerührt, damit das Erz in der Schmelze vertheilt wird. Nach etwa 40 Min. ist das Aufschliessen vollendet. Man über-

zeugt sich davon, indem man den Tiegel von der Flamme nimmt, die Schmelze mit dem Draht gut umrührt und, wenn sie zäh geworden ist, etwas davon auf dem Draht auffängt. Sind in dem Tropfen schwarze Punkte zu sehen, so muss das Schmelzen fortgesetzt werden.

Die Schmelze wird nun in Wasser gelöst, filtrirt und das Filtrat zur Trockene eingedampft. Während des Eindampfens wird von Zeit zu Zeit Ammoniumnitrat zugefügt, bis keine Entwicklung von Ammoniak mehr merkbar wird. Hierauf wird ein wenig Salpetersäure zugefügt und das Filtrat nochmals zur Trockne gebracht. Der Zusatz von Ammoniumnitrat schlägt das Mangan als MnO_2 nieder, ebenso die Thonerde, die bei dieser Behandlung in der später zugefügten Salpetersäure unlöslich wird. Der Zusatz von Salpetersäure bezweckt die Ausscheidung der Kieselsäure. Der Rückstand wird mit Wasser und ein wenig Salpetersäure aufgenommen, die Lösung filtrirt und zur Reduction der Chromsäure mit Salzsäure und Ammoniumsulfid gekocht. Hierauf wird mit Ammoniak neutralisirt und nach Zusatz von etwas Schwefelammonium gekocht. Dieser Zusatz befördert wesentlich die Ausscheidung des Chromoxydhydrats. Nach dem Abfiltriren und Auswaschen wird das Hydrat in Salzsäure gelöst, zum zweiten und wohl auch zum dritten Mal gefällt und dann gegläht und gewogen.

v. R.

Apparate.

Probenehmer. H. Le Roy Bridgman (D.R.P. No. 64329) empfiehlt zum Probenehmen aus Erzmassen u. dgl. auf Grundfläche A (Fig. 2 bis 4) die Ständer $A^1 A^2 A^3$ und Sammelapparat A^4 , welcher drei concentrische Sammelkanäle $B B^1 B^2$ in sich einschliesst. Auf der Welle C mit Kegelrad C^1 sitzt die hohle Welle D , an welcher das Kegelrad D^1 fest angebracht ist. In gleicher Weise sitzen auf der Welle D die hohle Welle E und das Kegelrad E^1 . In dem Ständer A^1 sind drei Achsen MNO gelagert, welche an ihrem Kopfe drei Kegelräder $N_1 M_2$ und O_1 tragen, die in die drei Kegelräder $C^1 D^1$ und E^1 eingreifen und diese in Drehung versetzen. Der gemeinsame Antrieb geschieht durch die Riemscheibe M_1 .

An der Muffe E oberhalb der Abflusskanäle ist ein drehbarer Rumpf F und unmittelbar über diesem ein gleicher drehbarer Rumpf G angeordnet, der an der Muffe D befestigt ist. Ein dritter Rumpf H sitzt oberhalb des Rumpfes G auf der Welle

C, mit der er sich gleichzeitig dreht. Die Abflusskanäle sind oben kreisförmig gestaltet und durch Scheidewände t t^1 von einander getrennt. Dieselben sind auf der einen Seite der Maschine abgeflacht, während sie nach der anderen Seite hin allmählich an Tiefe zunehmen und zugleich schmaler werden, um schliesslich in Ausgussröhren s s^1 und s^2 auszulaufen. Rumpf F^1 ist trichterförmig gestaltet und wird durch die von dem massiven Stück r^1 ausgehenden Arme r versteift. Unten läuft der Rumpf F^1 in eine

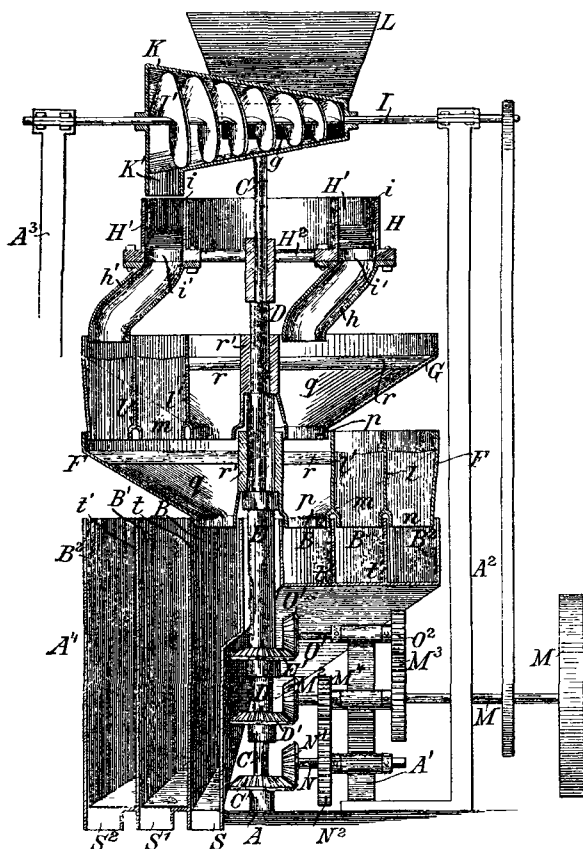


Fig. 2.

kurze ringförmige Röhre p aus, welche ein wenig in den Kanal B hineinragt. Auf beiden entgegengesetzten Seiten dieser Ausgussröhre p , einander gegenüber, befinden sich je eine Reihe bodenloser Räume oder Kanäle m n , welche durch die Scheidewände l und l^1 von einander getrennt sind.

Der Vertheilungsapparat H besteht aus einem kreisförmigen Rumpf H^1 , der auf radialen, von dem massiven Stück H^3 ausgehenden Armen H^2 ruht. Der Rumpf H^1 wird am besten in acht trichterförmige Abtheilungen i eingetheilt, deren jede unten in eine runde Entleerungsöffnung i^1 ausläuft. Dabei ist H^1 der ringförmigen Bahn der Kanäle m (von G) gegenüber genau centrirt.

Um der Erzmasse möglichst geringe Proben zu entnehmen, stellt man blos eine der Ausgussröhren h in die Bahn der Kanäle m , während eine andere Röhre h derart gestellt wird, dass sie sich in die Bahn von n ergiesst, während sich die sechs übrigen Ausgussröhren in p entleeren. Eine kegelförmige, auf der Achse J sitzende Transport-schnecke J^1 wird mittels Riemenübertragung von der Welle A in Drehung versetzt und befördert das in L aufgegebene Erz in den Vertheiler H .

Das gepochte Erz wird in L aufgegeben und durch die Schnecke J^1 in den Vertheiler H befördert. Jede der acht trich-

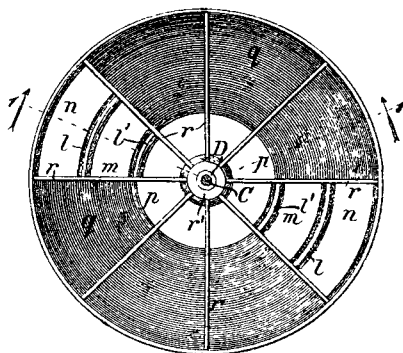


Fig. 3.

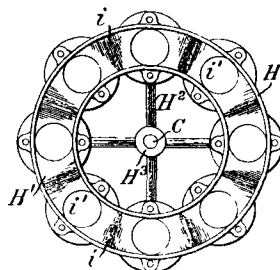


Fig. 4.

terförmigen Abtheilungen i erhält so $\frac{1}{8}$ der eingetragenen Erzmasse. $\frac{1}{8}$ der gesamten Masse, die aus h tritt, fallen durch den in entgegengesetzter Richtung rotirenden Apparat G , dessen Röhre p sich unter h befindet, sowie durch das gegenüberliegende Ausgussrohr p des Vertheilungsapparates F^1 in das Leitungsrohr B , welches sie bei s verlassen. $\frac{1}{8}$ der gesamten Erzmasse fällt durch eines der acht Rohre h in den Kanal m des Körpers G und vertheilt sich gleichmässig über die acht Abtheilungen des Körpers F , von denen zwei mit Scheidewänden l und l^1 versehen sind. Mithin werden von jenem einen Achtel $\frac{2}{8} = \frac{1}{4}$ oder $\frac{1}{32}$ in die Kanäle m des Körpers F^1 gelangen. Die übrigen $\frac{6}{8}$ fallen in die trichterförmigen Fächer q und gelangen so durch s aus dem Apparat wieder heraus. Jenes $\frac{1}{32}$

vertheilt sich in gleicher Weise auf die acht Abtheilungen des Körpers A^1 , so dass nur $\frac{2}{256} = \frac{1}{128}$ der gesammten Erzmasse aus der Rinne s^1 austreten. In gleicher Weise tritt ein zweites $\frac{1}{128}$ der gesammten Erzmasse aus s^2 aus. Zwei annähernd gleiche Proben werden auf diese Weise der Erzmasse entnommen: eine durch s^1 und die andere durch s^2 , wobei jede Probe ungefähr $\frac{1}{128}$ der gesammten Masse entspricht.

Apparat zum Trennen der Mutterlauge von Krystallen. Nach C. Pieper

Kopfstück eingespannt, wodurch an allen Stellen ein dichter Abschluss zwischen Formen und Rahmen erzielt wird.

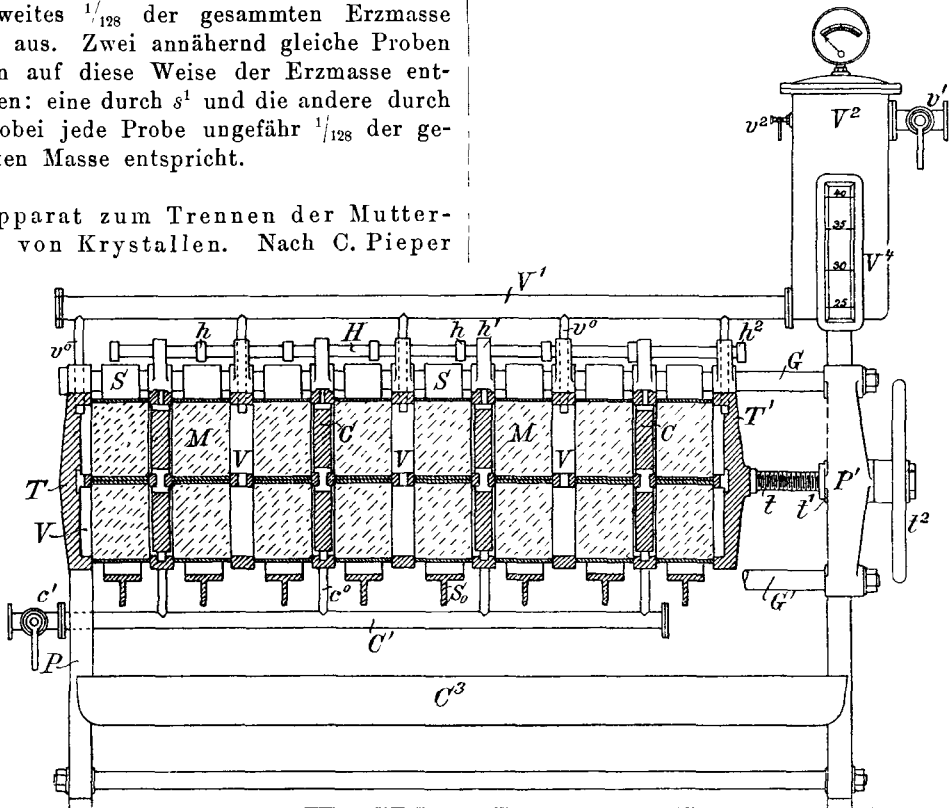


Fig. 5.

(D.R.P. No. 65 103) wird das Gestell aus einem mit Fuss versehenen festen Kopf T (Fig. 5 u. 6) und einem vorderen Bock P^1 gebildet, welche durch diagonal angeordnete Tragstangen G G^1 verbunden sind. Auf den Tragstangen gleiten in abwechselnder Reihenfolge die Rahmen C und V und, dazwischengeschaltet, die Tragwinkel S , die Rahmen C zur Einführung der Waschflüssigkeit, die Rahmen V zur Abführung der Mutterlauge und die Tragwinkel S , zur Aufnahme von je zwei auf einander gesetzten Formen dienend. Als Abschluss legt sich gegen die vorderen Formen der lose Kopf T^1 , welcher, mit fester Spindel t versehen, durch eine im vorderen Bock P^1 gelagerte, mit Handrad t^2 versehene Mutter verstellbar ist. Der feststehende und der lose Kopf T und T^1 bilden gleichzeitig Halbrahmen V und sind, wie die Rahmen C und V , mit Gummidichtungen ausgerüstet, welche sich dem Rande der dazwischengesetzten Formen anpassen, die den Rahmen zugekehrten Flächen des Formeninhaltes dagegen freilassen. Durch Handrad und Spindel wird die ganze bewegliche Reihe von Rahmen und Formen zwischen hinterem und vorderem

Die Zusammensetzung des Apparates ist dann folgende:

- Feststehender Kopf T (als Halbrahmen V),
- zwei Formen,
- Rahmen C (Druckrahmen),
- zwei Formen,
- Rahmen V (Absaugerahmen),
- zwei Formen,
-
- zwei Formen,
- loser Kopf T^1 (als Halbrahmen V).

Die Rahmen bestehen sonach aus zwei Gruppen C und V (Druckrahmen und Absaugerahmen), von denen die erste Gruppe C durch Gummischläuche mit der unter Druck (etwa $1\frac{1}{2}$ Atm.) stehenden Rohrleitung für Waschflüssigkeit C^1 und die andere Gruppe V — wozu auch die Kopfstücke gehören — ebenfalls durch Schläuche mit der zu dem Messgefäß V^2 führenden Rohrleitung V^1 verbunden sind.

Das mit Schauglas V^1 versehene Messgefäß steht ausserdem mittels oberen Anschlusses v^1 mit einer Luftpumpe oder anderweiten Absaugvorkehrung in Verbindung, so dass sowohl V^2 als auch V^1 und die Rahmen V unter Luftleere gesetzt werden

können. Die Leitung für Waschflüssigkeit C^1 , sowie die Luftleereleitung von der Pumpe können durch die entsprechenden Hähne c^1 und v^1 abgeschlossen werden.

Die Rahmen sind sämtlich mit Ablaufhähnen c am unteren Punkt versehen behufs Entleerung derselben bei Beendigung des Verdrängungsverfahrens. Die Hähne der Rahmen C führen die in den Rahmen stehende, überschüssige Waschflüssigkeit in eine Sammelrinne C^3 , von wo sie in den Behälter C^2 durch Pumpe wieder gehoben wird. Um die Menge der Waschflüssigkeit, welche zurückgeht, möglichst klein zu halten, ist den Rahmen C nur so viel Fassungsraum gegeben, dass die Waschflüssigkeit gleichmässig auf die ganze krystallinische Fläche einwirken kann. Die Hähne der Rahmen V

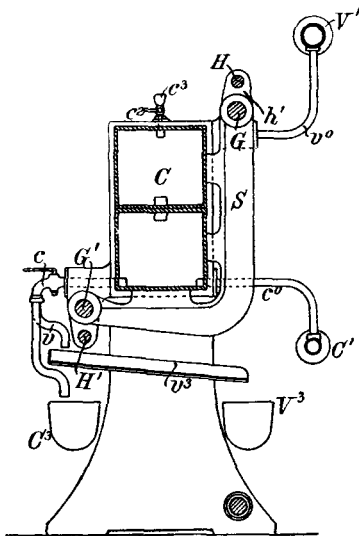


Fig. 6.

führen die gesamte verdrängte Mutterlauge ab, sowohl die in den Rahmen als auch die in der anschliessenden Rohrleitung und im Messgefäss enthaltene. Ein der ganzen Länge nach unter dem Apparat angebrachtes Tropfblech v^3 nimmt diese Mutterlauge auf und vereinigt sie in einer zweiten Sammelrinne V^3 .

Die Rahmen V mit anschliessender Rohrleitung haben einen solchen Fassungsraum, dass darin bereits der grösste Theil der zu verdrängenden Mutterlauge aufgenommen wird. Das Abmessen der verdrängten Mutterlauge beginnt daher schon beim Eintritt in das Messgefäss; zu diesem Zwecke ist das bis auf den Boden des Messgefässes reichende Schauglas mit einer Theilung versehen, woran die verdrängte Literzahl abzulesen ist. Die Rahmen C entleeren sich einzeln und tragen daher je einen Lufthahn c ; die Rahmen V entleeren sich in Gemeinschaft mit

der anschliessenden Rohrleitung und dem Messgefäss, weshalb nur letzteres einen Lufthahn v^2 trägt. Um beim Öffnen des Apparates bei beendigter Arbeit durch das Zurückziehen des vorderen Kopfstückes sämtliche Formen zur Herausnahme freizulegen, ist parallel zu jeder Tragstange eine Zugstange H angeordnet, die sich in angemessenen Augen h^1 der Rahmen und des losen Kopfes führt. Die Endköpfe h^2 der Zugstangen werden durch die Augen des losen Kopfes erfasst und mitgenommen. Auf den Zugstangen sind Stellringe h in solchen Abständen zum Mitnehmen der Rahmen angeordnet, dass bei völligem Auseinanderziehen des Systems überall gleicher Spielraum zum Abheben der Formen entsteht, wobei natürlich auch die Formen — mit Ausnahme der beiden letzten — an der Verschiebung theilnehmen. Aus diesem Grunde sind die Tragwinkel der Formen ebenfalls verschiebbar auf den Tragstangen.

Nachdem die mit erstarrter Masse gefüllten Formen — je zwei auf einander — auf die Tragwinkel des geöffneten Apparates aufgesetzt sind, wird durch Drehung der im vorderen Bock gelagerten Mutter das ganze System zusammengepresst, bis durch die Gummidichtungen der Rahmen auf den Rändern der Formen eine vollständige Abdichtung erzielt ist. Darauf öffnet man den Hahn c^1 für Waschflüssigkeit, jeden einzelnen Lufthahn der Rahmen C (jedoch nur so lange, bis die Waschflüssigkeit in dem Kelch c^3 des Lufthahnes erscheint) und zum Schluss den Lufthahn v^1 . (Der Lufthahn des Messgefässes ist natürlich geschlossen.) Durch die Luftpumpe werden nun Messgefäss V^2 , die anschliessende Rohrleitung V^1 und die Rahmen V entlüftet, die Mutterlauge tritt aus dem Krystallgefüge der Formen aus, füllt die Rahmen und steigt in der Rohrleitung nach dem Messgefäss empor. Gleichzeitig drückt durch die Rahmen C von der anderen Seite der Form die mit $1\frac{1}{2}$ Atm. Druck eintretende Waschflüssigkeit die Mutterlauge gleichmässig vor sich her, deren Stelle im Krystallgefüge einnehmend. Das Schauglas des Messgefässes zeigt nun beim Aufsteigen der Mutterlauge genau die Menge an, welche durch Waschflüssigkeit verdrängt wurde, und gibt dem den Apparat bedienenden Arbeiter den Punkt an, wann erfahrungsmässig genügend Waschflüssigkeit in das Krystallgefüge eingedrungen ist. In diesem Augenblick wird die Waschung durch Abschluss der Waschflüssigkeit und der Luftleere unterbrochen, die Lufthähne werden geöffnet und durch die unteren Ablasshähne die Rahmen von Waschflüssigkeit und Mutter-

lauge entleert. Die in die Poren der Kry-
stallmasse eingedrungene Waschflüssigkeit,
sowie der nicht verdrängte Rest Mutterlauge
verbleibt in den Formen. Nachdem der
Apparat durch Zurückdrehen des Handrades
geöffnet worden, werden die Formen heraus-
genommen und durch Abschleudern von der
eingedrungenen Waschflüssigkeit befreit. Da-
bei muss die mit Mutterlauge behaftete Seite
der Formen dem Umfang der Schleuder-
trommel zugekehrt sein, damit die in die
Poren eingedrungene Waschflüssigkeit den
Rest Mutterlauge vollständig verdrängen
kann. Die hierzu erforderliche Menge Was-
chflüssigkeit hängt von der zur Verarbeitung
gelangenden Masse ab. Das die Mutterlauge
aufnehmende Messgefäß bietet nun eine
sichere Handhabe, um den der Gattung der
zur Verarbeitung gelangenden Masse ent-
sprechenden Mindestbetrag von Waschflüssig-
keit durch einige Versuche zu ermitteln.
Der Apparat leistet daher eine möglichst
vollkommene Gewähr für ökonomische Ver-
werthung der Waschflüssigkeit.

Der Apparat zur Verdünnung der Mutter-
lauge soll Verwerthung in allen den Betrieben
finden, wo es sich darum handelt, solche
Stoffe, die aus Lösungen auskrystallisiren
und zu dicht zusammenhängenden Massen
erstarren, von der eingeschlossenen Mutter-
lauge zu befreien, z. B. krystallisirende feste
Fettsäuren, welche von flüssiger Ölsäure,
Naphtalin, welches von seinen Amyl-
kohollösungen, Kohlenhydrate, wie Maltose,
Dextrose u. s. w., die von der flüssig blei-
benden Mutterlauge getrennt werden sollen.

Unorganische Stoffe.

Die Herstellung von Fluoralkali
aus Kieselfluoralkali ist nach Kranz
(D.R.P. No. 65 576) von Bedeutung, weil
man aus Fluoralkali durch Behandlung mit
Ätzkalk Ätzkali, durch Behandlung mit
Kieselsäure und Kohlensäure bez. Schweflig-
säure oder Chlor kohlen-saures bez. schweflig-
saures oder chlo-saures Alkali u. s. w.
gewinnen könne.

In einem innen verbleiten gusseisernen
Kessel, der einen Deckel mit Gasableitungs-
rohr *d* (Fig. 7), ein Schwefelsäurezufluss-
rohr *b* und Mannloch *a* zum Eintragen von
Kieselfluornatrium mit Schwefelsäurever-
schlüssen und ausserdem ein Ablassrohr *h*
mit Bleideckelverschluss besitzt, wird im
Dampfbad *w* auf dem durchbrochenen Bo-
den *g* mit einem Inhalt von 1 Th. Kiesel-
fluornatrium und fast 2 Th. Schwefelsäure
1,70 sp. G. erhitzt, und das Destillat, ein Ge-
menge von Fluorwasserstoff und Fluorsilicium:

$2\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{Na}_2\text{SiF}_6 = 2\text{NaHSO}_4 + 2\text{HF} + \text{SiF}_4$
durch bleierne Röhren zu zwei parallelen
Reihen von bleiernen, gekühlten, kaum zur
Hälfte mit Wasser gefüllten Flaschen ge-
leitet. Diese Flaschen besitzen die Form
der bekannten Wulff'schen Flaschen mit
weiten bleiernen Verbindungsrohren. Am
Boden jeder Flasche befindet sich ein Tubulus,
der durch Guttaperchaschlauch mit einem
in einer Holzrinne ruhenden Hauptrohr ver-
bunden ist. Dieses steht so mit einer ganzen
Flaschenreihe in Verbindung und führt zu
einem in ihrer Höhe stehenden, hydraulisch

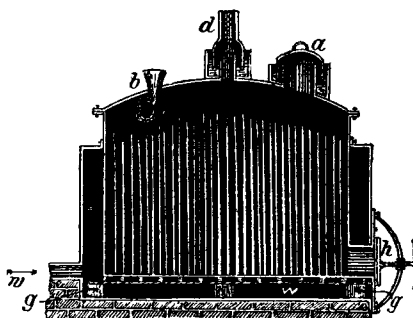


Fig. 7.

verschlussbaren Bleikasten, der zur Entlee-
rung und Füllung der betreffenden Reihe
dient (Fig. 8). Die Gasströmungseinrichtung
lässt sich vermittlels Quetschhähne an Schalt-
röhren aus Guttapercha jederzeit wechseln, so
dass die erste Flasche zur letzten wird, und
umgekehrt. Aus den Bleiflaschenreihen tritt
das Gas in eine besondere Reihe gläserner
Flaschen gleicher Einrichtung und geht von

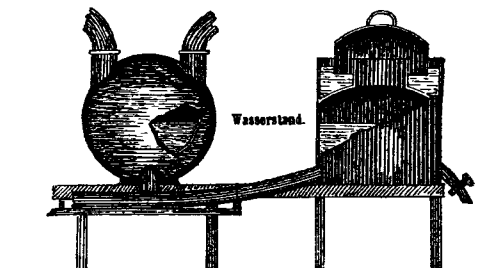
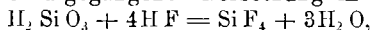


Fig. 8.

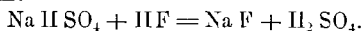
diesen nach manneshohen Bleikammern, in
welchen etagenweise auf Bleiplatten trockenes
Fluorcalciumpulver 50 mm hoch ausgebreitet
liegt. Das Gas strömt oben ein und unten
ab. Die Bleikammern sind nach Art der
Chlorkalkbleikammern gebaut, der Boden
ist ebenfalls verbleit, Fugen und Thüren
sind mit Guttaperchaplatten gedichtet.

Durch das Wasser in den Flaschenreihen
wird anfangs das ganze Gasgemenge, später
nur das leichter absorbirbare Fluorwasser-
stoffgas aufgenommen, während die bereits
absorbirten Mengen von Fluorsilicium wieder
grösstentheils ausgetrieben werden und in

calcimpulver nimmt Si F_4 auf, in den Trögen entsteht allmählich concentrirte Flusssäure. Das Pulver wird dabei leicht durch Flusssäure und Kieselflusssäure feucht. Steht in solchen Bleikammertrögen Schwefelsäure von etwa 1,60 sp. G. über saurem Natriumsulfat, so wird aus dem zuströmenden Gasgemenge ($2\text{H F} + \text{Si F}_4$) hauptsächlich Fluorwasserstoff absorbiert, Fluorsilicium aber nur nach vorausgegangener Zersetzung in

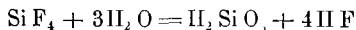


da Kieselfluorwasserstoffsäure neben Schwefelsäure nicht beständig zu sein scheint. An Stelle des Natriumsulfates tritt, so lange genügendes Wasser da ist, allmählich Fluornatrium:



Da $\text{H}_2\text{Si O}_3$, gallertige Kieselsäure, zum Theil durch Blasen von Si F_4 gehalten, auf der Schwefelsäure schwimmt, so bringt man (Fig. 9) die Tröge in der Bleikammerwand so an, dass der grössere Theil derselben im Kammerraum steht, die Kammerwandbleiplate nur einige Centimeter tief in die Schwefelsäure eintaucht und in dieser Strecke nach aussen umgebogen ist. So kann man sowohl vom Boden der Tröge Salz ausschöpfen, als auch von der Schwefelsäureoberfläche schwimmende Kieselsäure aus der Kammer mit einem auf Schienen s gleitenden Löffel L herausschaffen.

Alle diese Processe kann man in einem einzigen bleiernen Gefäss (Fig. 10) ausführen, wenn man mit Schwefelsäure von etwa 1,55 sp. G. arbeitet, in der Verjüngung unter Wirkung des Dampfbades die Zersetzung von Kieselfluornatrium vornimmt und den übrigen Gefässraum, der unter der Schwefelsäure saures Natriumsulfat enthält, unter Wasserkühlung hält. Dann steigen in der Verjüngung Blasen vom Gemenge $2\text{H F} + \text{Si F}_4$ auf, die unter Verdichtung des Fluorwasserstoffes und Zersetzung des Fluorsiliciums in schwimmende gallertige Kieselsäure und Fluorwasserstoff



wieder zum grössten Theil verschwinden und erst bei stärkerem Dampf und unzureichender Kühlung destilliren. Die verdichtete Flusssäure verdrängt in den kühleren Gefässabschnitten aus dem Natriumsulfat die Schwefelsäure.

Nitirvorrichtung von W. Wunderlich (D.R.P. No. 65399). In dem Nitirgefäss f (Fig. 11 u. 12) ist ein wellenförmiger Boden e angebracht, so dass die beim Nitiren verwendete Säure gezwungen werden kann, einen vollen Umlauf zu machen. In der ersten wellen- oder muldenförmigen

Vertiefung des Bodens arbeitet ein Flügelwerk, welches die von A aus zugeführten zu nitirenden Stoffe über die Erhöhung m des oberen Bodens befördert und durch die Gestalt der Flügel d eine kräftige Durchtränkung derselben mit der Säure bewirkt. Die Zuführung der Stoffe findet in dem Augenblick statt, wo das Flügelwerk die in Fig. 11 angegebene Stellung hat. Aus der zweiten Mulde wird die genügend durchtränkte Masse mittels Walzen aus dem Gefäss geführt. Die untere Walze c ist hohl und durchlöchert, die obere Walze b wird mittels Riemscheibe a in Betrieb gesetzt und nimmt die untere durch Reibung mit, wobei sich die Anpressung durch eine Stellvor-

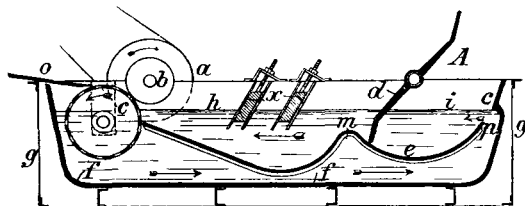


Fig. 11.

richtung regeln lässt. Indem die Tauchflügel die zugeführten Stoffe in die Säuremischung hineindrücken und durch die erste Mulde führen, wird auch die Säure in der Pfeilrichtung nach den Walzen hin bewegt;

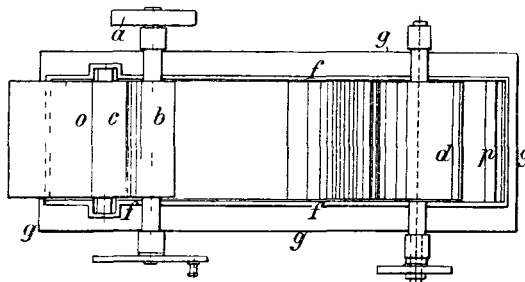


Fig. 12.

es wird die Mulde durch die Flügel beständig ausgeschöpft, während bei p die Säure von neuem aus dem unteren Theil des Behälters f zuströmt. Bei der fortgesetzten Bewegung der Tauchflügel und dem dadurch hervorgerufenen Weiterschieben der zu nitirenden Masse gelangt diese durch die zweite Mulde nach den Walzen $b c$, wird von letzteren erfasst und aus der Säuremischung herausgeführt. Die Walzen pressen dabei die Masse gehörig aus und der Schaber o fängt dieselbe auf. Die ausgepresste Säure gelangt durch die Öffnungen der Walze c nach der unteren Abtheilung des Behälters f zurück, um dadurch den Kreislauf fortzusetzen. Die Standhöhe $h i$ der Säure muss so gewählt werden, dass der Querboden e vollständig unter dem Spiegel liegt.

Der Behälter f wird zweckmässig in einen zweiten Behälter g eingesetzt, um in den Zwischenraum beider warme oder kalte Flüssigkeit einbringen und dadurch die Wärme des Bades regeln zu können. Um die Fortbewegung der Massen beliebig verlangsamen zu können und die Einwirkungs-dauer der Säure zu regeln, kann man Widerstände x anordnen, welche in ihrer Höhenlage beliebig einstellbar sind.

Nitrierschleuder von R. Kron (D.R.P. No. 65540) besteht aus einem festen, mantelförmigen Gestell a (Fig. 13 u. 14), welcher oben den Abflussteller b für die Säure, unten das Spurlager c für die Antriebswelle d

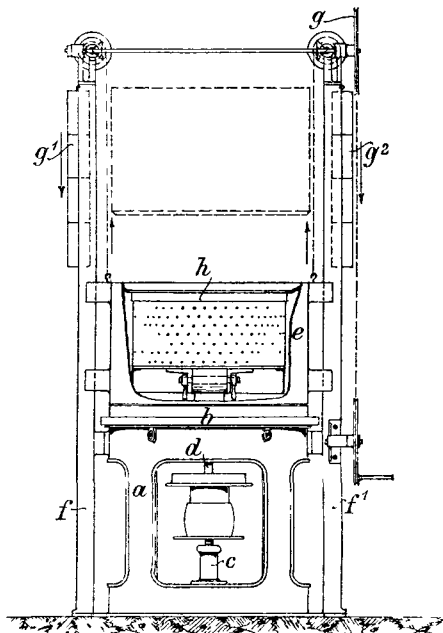


Fig. 13.

enthält, dem Mantel e , welcher frei auf den Abflussteller b des Untergestelles a aufgesetzt ist, und dem kippbaren Korbe h mit Antriebswelle d von solcher Anordnung, dass letztere mit ihrer Lagerung ihre senkrechte Lage behält, während der Korb behufs Ausleerens um eine Vierteldrehung gekippt werden kann.

Nachdem die Schleudermaschine zusammengebaut ist, wird die Nitrocellulose sammt dem Säurebad in den Korb h der Schleudermaschine entleert und die Schleudermaschine in Thätigkeit gesetzt; sobald die Säure ausgeschleudert ist, wird der Korb zum Stillstand gebracht, der Mantel e hochgezogen und der Korb so gekippt, dass der ganze Inhalt sich in ein neben der Schleudermaschine stehendes Waschgefäss entleert. Es kann der Mantel e durch eine Vorrichtung zum Hochziehen eingerichtet sein,

welche aus zwei an das Untergestell angeschraubten Führungständern f, f^1 besteht, die oben eine Aufzugswinde g tragen, an welche der Mantel aufgehängt und durch Gegengewichte g^1, g^2 ausbalancirt ist. Ausgeschlossen ist nicht, den Mantel e der Schleudermaschine behufs Freilegung des Korbes h aufzuklappen oder in anderer Weise zu entfernen.

Dynamoit, der rauchschwache Sprengstoff von A. Moschek und A. Brunner (D.R.P. No. 65397) besteht aus etwa

Malzkeime	60 Th.
Ammonnitrat	15 -
Kaliumchlorat	25 -

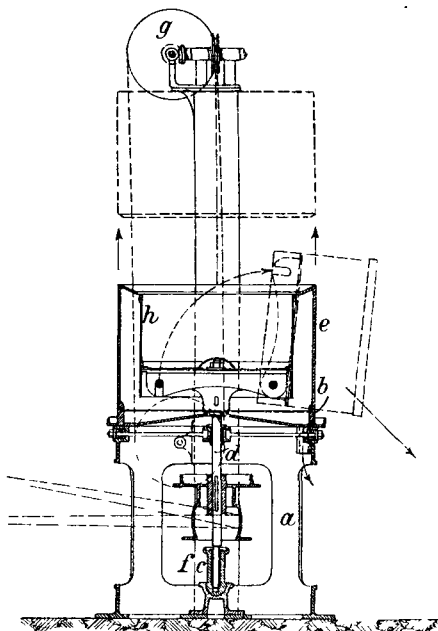


Fig. 14.

Die angefeuchtete Masse soll bei der Verarbeitung völlig gefahrlos sein. Unter Umständen soll das Ammonnitrat durch die

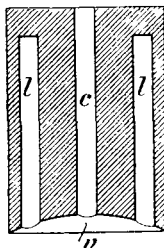


Fig. 15.

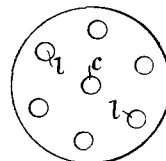


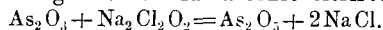
Fig. 16.

entsprechende Menge Salpetersäure und Ammoniakflüssigkeit ersetzt werden. Zur Verwendung in Bergwerken werden folgende Mischungen empfohlen:

	I	II	III
Malzkeime	40 bis 70	40 bis 70	40 bis 70
Ammonnitrat	40 - 10	60 - 30	—
Kaliumnitrat	20 - 40	—	60 bis 30

Es empfiehlt sich, den Patronen ungefähr die Form eines Cylinders *C* (Fig. 15 u. 16) zu geben mit einer Centralzündung *c* für die Zündschnur u. dergl. und mit nicht ganz durchgehenden Luftkanälen *l*, welcher Cylinder *C* eine muldenförmige Einsackung *v* besitzt, behufs Mitwirkung der Luft bei der Zündung.

Zur Bestimmung von Chlor in elektrolysirten Lösungen gibt L. M. Norton folgende Anleitung (Chem. N. 66 S. 115). Mit dem in letzter Zeit vielfach gemachten Versuch, Chlor und Bleichflüssigkeiten durch Elektrolysiren von Chloridlösungen herzustellen, tritt die Aufgabe an den Chemiker heran, Chlor in verschiedenen Verbindungen neben einander zu bestimmen. In einer elektrolysirten Kochsalzlösung befindet sich neben Natriumchlorat und Hypochlorit auch Chlorid. Zur Bestimmung des Hypochlorits wird eine bestimmte Menge der Lösung mit Natriumarsenit titirt:



Die nach der Titrirung erhaltene Lösung wird, wenn nöthig, getheilt und nach Zusatz von Chromat mit Silberlösung titirt. Man erhält so das als Chlorid und Hypochlorid vorhandene Chlor und nach Abzug des letzteren aus der ersten Bestimmung das Chlor als Chlorid. Zur Bestimmung des Chlorats wird eine neue Menge der Flüssigkeit mit einem Überschuss an Silberlösung versetzt, etwas Salpetersäure und dann Schwefligsäurewasser zugefügt und gekocht, bis der Überschuss an Schwefligsäure entfernt ist. Hierauf wird etwas Eisenalaun zugefügt und der Überschuss an Silber mit Rhodanammonium zurücktitirt. Wenn man von dem so erhaltenen Gesamtchlor das durch die erste Silbertitrirung erhaltene in Abzug bringt, so erhält man das als Chlorat vorhandene Chlor. Das bei der Elektrolyse sich entwickelnde Chlor lässt sich auf dieselbe Art bestimmen. Das Chlor wird in Natronlauge aufgefangen und die Lösung wie oben mit Silberlösung, Salpetersäure und Schwefligsäure behandelt.

Trennung des Baryum von Calcium und Magnesium von F. W. Mar (Chem. N. 66 S. 154) beruht auf der Unlöslichkeit des Baryumchlorids und der Löslichkeit des Calcium- und Magnesiumchlorids in ätherhaltiger conc. Salzsäure. Die Chloride werden in möglichst wenig heissem Wasser

aufgelöst, 25 cc conc. Salzsäure anfangs tropfenweise zugefügt und nach der Abkühlung 5 cc reiner Äther zugesetzt. Nachdem die Flüssigkeit etwa 10 Min. gestanden, wird in einem Gooch'schen Tiegel abfiltrirt, mit 10 Proc. Äther haltender conc. Salzsäure ausgewaschen und bei 150 bis 200° getrocknet und gewogen. Die Trennung ist practisch vollkommen, da das Chlorbaryum eine Löslichkeit in Äthersalzsäure besitzt, die nicht 1:120000 überschreitet, die andern beiden Chloride sind dagegen darin leicht löslich. *v. R.*

Das Ammoniak-Chlor-Verfahren. Campbell und Boyd (Industr. 13 S. 66) empfehlen, um das gesammte, in den Process eingeführte Chlor nutzbar zu machen, Folgendes. Statt Wasser wird Chlormanganlauge aus dem Chlordestillirapparat zur Condensation von Salzsäure benutzt. Die saure Lauge wird dann mit der nöthigen Menge Mangansuperoxyd destillirt. Dies wird wiederholt, bis die Endlauge die nöthige Concentration besitzt. Dieselbe wird nun eingedampft und getrocknet. Das so erhaltene Chlormangan wird in einem Sulfatofen gerade so wie Kochsalz mittels Schwefelsäure zersetzt. Die Zersetzung geht viel schneller und bei erheblich niedriger Temperatur als bei der Darstellung von gewöhnlichem Sulfat von statten.

Nach dem anderen Verfahren wird die Chlormanganlauge mit einem entsprechenden Zusatz von Mangansuperoxyd gemengt. Die Mischung wird in einem Sulfatofen mit der nöthigen Menge Schwefelsäure behandelt und das entweichende Chlor nach dem Durchfließen eines Scrubbers seiner Verwendung entgegengeführt. Das Endproduct des einen oder des andern Verfahrens ist Mangansulfat, welches, wenn nicht zu schwach erhitzt wird, frei von Chlorid und freier Salzsäure ist.

Zunächst wird das Sulfat in Carbonat verwandelt. Zu diesem Zwecke wird das Mangansulfat in Wasser oder einer schwachen Ammonsulfatlösung gelöst, falls nöthig mit Ammoniakwasser neutralisirt und die Lösung zum Klären eine Zeit lang sich selber überlassen. Die klare Lösung fliesst dann durch 3 oder 4 mit Rührer versehene Absorptionskessel, die den bei Darstellung von Chlorat benutzten ähnlich sind. In den Kesseln kommt die Flüssigkeit in Berührung mit den Gasen einer Destillircolonne für Ammoniakwasser. Diese Gase halten neben ein wenig freiem Ammoniak Ammoniumcarbonat und Sulfid. Gleichzeitig wird ein Strom Kohlensäure aus einem Kalkofen eingeleitet. Hierbei wird das Ammoniak vollkommen absor-

birt und in Ammoniumsulfat, das Mangansulfat in Carbonat verwandelt; nebst der überschüssigen Kohlensäure verlässt Schwefelwasserstoff den Apparat und wird auf irgend eine bekannte Weise weiter behandelt. Ist die Absorption in dem ersten Kessel vollendet, so wird er entleert und etwa vorhandenes Ammoniumcarbonat mit Mangansulfatlösung neutralisirt. Das Ganze kommt dann in Filtrirpressen. Die abfließende Lauge von Ammoniumsulfat wird wie gewöhnlich eingedampft, wobei man ein Salz von grosser Reinheit erhält. Das ausgewaschene und getrocknete Mangancarbonat wird durch Erhitzen in einem Ofen auf Eisenblech bei einer Temperatur von etwa 320° in Superoxyd verwandelt. Das so gewonnene Oxyd hält 80 bis 85 Proc. MnO_2 .

Das Ammoniak-Chlor-Verfahren soll dem Weldon-Verfahren gegenüber folgende Vortheile haben: 1. wird zur Herstellung einer gewissen Menge Chlor nur der dritte Theil Kochsalz verwendet; 2. sind die nöthige Rohmaterialmenge und in Folge dessen die Kosten erheblich geringer; 3. sind die Kosten der Regeneration viel geringer als bei irgend einem anderen Verfahren; 4. stellen sich die Kosten von 1 t fertig verpackten Chlorkalks nur auf 45 bis 50 Shilling. *v. R.*

Über die Zusammensetzung des flüssigen Ammoniak des Handels und über die Darstellung von wirklich chemisch reiner Ammoniakflüssigkeit von H. v. Strombeck (Proc. Frankl. Inst. 21. VI. 92). Wird die als chemisch reines wasserfreies Ammoniak verkaufte Handelswaare dem Verdunsten überlassen, so bleibt zum Schluss eine gelbe Flüssigkeit von durchdringendem Geruch und alkalischer Reaction. Oft treten in dieser Flüssigkeit nadelförmige Krystalle von Ammoniumsescquicarbonat auf. Durch Sättigung der Flüssigkeit mit trockenem Salzsäuregas und Wegnehmen des Überschusses mittels ungelöschten Kalks erhält man eine neutrale gelbe Flüssigkeit. Wird diese unter vermindertem Druck destillirt, so erhält man eine farblose Flüssigkeit. In dem Kolben bleibt gelbes Schmieröl nebst etwa vorhandenen Beimengungen, wie Sand, Eisenoxyd u. s. w. Die Untersuchung von 6 Ammoniakproben von verschiedener Herkunft ergab:

	I.	II.	III.	IV.	V.	VI.
Ammoniak	98,976	96,984	98,220	99,792	99,321	99,140
Feuchtigkeit	0,040	0,024	0,079	0,078	0,010	0,032
Farblose Flüssigkeit	0,950	2,880	1,644	0,117	0,622	0,666
Ammoniumcarbonat	0,030	0,099	0,049	0,004	0,043	0,087
Schmieröl	0,004	0,006	0,005	0,009	0,004	0,035
Beimengungen	Spur	0,007	0,003	Spur	Spur	Spur.

Bei fractionirter Destillation der farblosen Flüssigkeit wurden 4 Fractionen er-

halten. Die erste bestand hauptsächlich aus Methylalkohol und Aceton, die zweite aus Methyl- und Äthylalkohol, die dritte aus Äthylalkohol und die vierte aus Isopropylalkohol. Die Zusammensetzung der 6 verschiedenen Flüssigkeiten wechselte nur wenig; wurden sie mit metallischem Natrium in Berührung gebracht, so erstarrten sie zu einem röthlichen Pulver von Natriumalkoholaten u. s. w. unter Entwicklung von Wasserstoff. Versuche ergaben, dass 1 Th. der Flüssigkeit 0,0166 Th. Wasserstoff entwickelte. Dies entspricht einer Menge von 0,38 Th. Natrium. Ähnlich wirkt das met. Natrium auf zwei andere Bestandtheile des Handelsammoniak, nämlich auf das Wasser und das Carbonat. Letzteres gibt dann Ammoniak, Natriumcarbonat und Wasserstoff. Auf diesen Reactionen beruht nun das Verfahren zur Herstellung von reinem Ammoniak.

Das auf irgend eine Weise gewonnene und getrocknete Ammoniakgas wird über geschmolzenes metallisches Natrium geleitet. Hier finden die obigen Reactionen statt, die Verunreinigungen bleiben als feste Körper zurück und nur reines Ammoniakgas mit etwas Wasserstoff gelangt in den Compressor.

Zur besseren Ausnutzung des Natrium lässt man das Ammoniak durch zwei Natriumgefässe streichen. Da Natrium bei 95° schmilzt, werden die Gefässe mit Dampf erhitzt. Es erübrigte nun, den Wasserstoff zu entfernen, da sonst die Pumpen eine unnütze Arbeit zu verrichten haben. Zu diesem Zweck wurden die Gase über Palladiumschwamm geleitet. Da dieser sein 800faches Volum Wasserstoff aufzunehmen vermag und durch einfaches Überleiten von Luft den Wasserstoff wieder abgibt, so handelt es sich nur um eine einmalige Ausgabe. Selbst für eine grosse Anlage genügen etwa 250 g. Nach amerikanischen Verhältnissen berechnen sich die Mehrkosten für 50 k reines Ammoniak unter Anwendung des Ammoniak No. 1 als Rohmaterial zu 88 Cents. Man erhält hierbei ein Ammoniak von 99,995 Proc. Gehalt statt eines von 98,976 Proc. Zieht man den Werth der als Nebenproduct gewonnenen Alkoholate ab, so ermässigen sich die Kosten bedeutend. Ausser der besseren Gefrierkraft des reineren Ammoniaks ergibt sich bei seiner Verwendung ein weiterer

Vortheil. Wie bekannt, sind bei den Ammoniakältemaschinen heftige Explosionen

vorgekommen. Aller Wahrscheinlichkeit nach haben diese ihren letzten Grund in dem Vorhandensein der Alkohole in dem Ammoniak. Diese Gefahr wird somit durch Entfernung der Alkoholate beseitigt.

v. R.

Organische Verbindungen.

Zur Gewinnung hochgrädiger Essigsäure aus Sägespänen und sonstigen Holzabfällen will F. J. Bergmann (D.R.P. No. 65447) durch Pressen entwässern und dann verkohlen.

Der bewegliche Boden des Presscylinders *a* (Fig. 17 und 18) besteht aus drei Platten *d e f* und lässt sich mittels eines Kettenzugwerkes

bodens wird der Cylinder *a* mit Holzkleie gefüllt und dann der Cylinder geschlossen. Dann wird die Scheibe *e* so weit um ihre Mitte gedreht, dass ihre Öffnungen *e'* sich nicht mehr zwischen den Öffnungen *d'* und *f'* befinden, so dass der Boden geschlossen ist. Darauf wird auf den Kolben *b* Druck ausgeübt und die Holzkleie zusammengepresst. Das in dieser enthaltene Wasser tritt durch die Filzdecke *x* hindurch und durch die Öffnungen *b'* anfangs in Tropfen aus, bei bis über 300 Atm. steigendem Druck soll aber durch die entwickelte Wärme alles Wasser entweichen. (?Red.)

Der Zweck der Stifte *c* und der Öffnungen *d'* *e'* *f'* in dem Cylinderboden ist, in

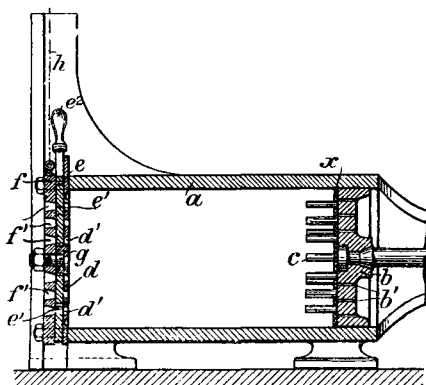


Fig. 17.

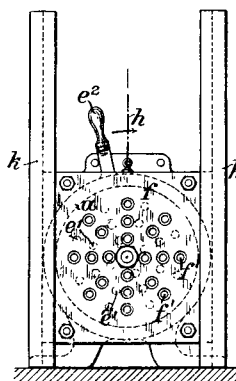


Fig. 18.

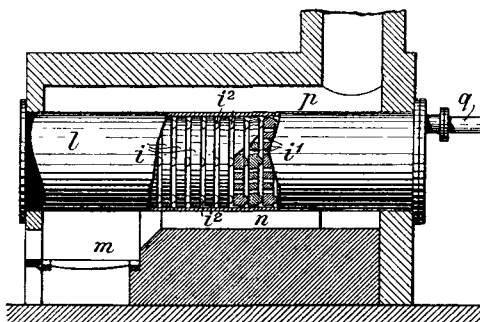


Fig. 19.

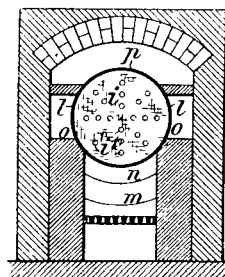


Fig. 20.

zwischen Führungen *k* auf- und niederbewegen. Die beiden äusseren Platten *d* und *f* sind durch einen Bolzen *g* in der Mitte verbunden, die mittlere Platte *e* lässt sich mittels des Griffes *e'* zwischen den beiden anderen etwas drehen, um die Öffnungen *d'* und *f'* in den Platten *d* und *f* durch die Öffnungen *e'* während des Pressens zu verbinden oder die Verbindung zu unterbrechen. In dem Kolben *b* sind feine Öffnungen *b'* vorgesehen, welche durch eine Filzdecke *x* auf der Vorderseite des Kolbens geschlossen sind. Ausserdem trägt der Kolben eine Anzahl Stifte *c*, die genau in die Öffnungen *d'* *e'* *f'* des Cylinderbodens passen.

Nach dem Hochziehen des Cylinder-

den Briquetts gleichzeitig Öffnungen einzu-pressen. Während des Pressens kann, da der Boden geschlossen ist, das Pressgut nicht durch die Öffnungen *d'* *e'* *f'* austreten; ist der Vorgang fast ganz beendet, d. h. nähert sich der Kolben *b* dem Boden des Cylinders, so werden die Öffnungen *d'* *f'* durch die Öffnungen *e'* bei entsprechender Drehung der Platte *e* verbunden, damit die Enden der Stifte *c* hindurch treten können, und so die Pressstücke mit Löchern *i'* versehen. An den Briquetts sind ferner noch Nasen *i''* durch entsprechende Aussparungen in der Platte *d* anzupressen.

Die so hergestellten Presskuchen werden in Retorten *l* (Fig. 19 und 20) eingesetzt. Die

Retorte wird von der Feuerstelle *m* aus durch die Heizkanäle *n o p* erhitzt. Die entwickelten Dämpfe, Essigsäure, Theer, Terpentin entweichen durch Abzug *q* und werden in dem Kühlapparat *r* getrennt niedergeschlagen. Nicht niederschlagbare Gase entweichen durch den Abzug *s*. Durch die Öffnungen *i*¹ und Nasen *i*² der Pressstücke soll der Abzug der entwickelten Dämpfe in der Längsrichtung der Retorte ermöglicht werden.

Farbstoffe.

Zur Herstellung von Farbstoffen der Rosanilinreihe werden von der Actiengesellschaft für Anilinfabrikation (D.R.P. No. 66 125) 200 k salzsaures o-Toluidin, 600 k o-Toluidin, 30 k Chlormethyl, 90 k o-Nitrotoluol und 20 k Eisenchlorür in einem geschlossenen Gefäß 5 Stunden lang auf etwa 150° erhitzt. Die erhaltene Schmelze wird in Wasser gelöst; nach dem Abblasen der unangegriffenen Öle wird der Farbstoff mittels Kochsalz gefällt und durch Umlösen gereinigt. Statt o-Toluidin können Anilin oder Gemenge von Anilin und o-Toluidin verwendet werden; ebenso kann das o-Nitrotoluol ganz oder zum Theil durch Nitrobenzol ersetzt werden.

Patent-Anspruch: Verfahren zur Darstellung von Farbstoffen der Rosanilingruppe, darin bestehend, dass man Anilin, o-Toluidin oder Gemenge beider Basen bez. deren Salze mit o-Nitrotoluol oder Nitrobenzol und Eisenverbindungen bei Gegenwart von Chlormethyl unter Druck auf Temperaturen von 120 bis 200° erhitzt.

Überführung tetraalkylierter Rhodamine in höher alkylierte Farbstoffe nach Badische Anilin- und Sodafabrik (D.R.P. No. 66 238).

Patent-Anspruch: Verfahren zur Überführung der tetraalkylierten Rhodamine in höher alkylierte Farbstoffe, darin bestehend, dass man die freien Tetraäthyl- bzw. Tetramethylphtalsäurerhodaminbasen oder statt derselben die Farbstoffsalze selbst unter Zusatz der zur Bindung der in ihnen enthaltenen Säure erforderlichen Menge Alkali mit Methyl-, Äthyl-, Isoamyl- oder Benzylchlorid, Methylen- und Äthylenchlorid bez. den entsprechenden Brom- oder Jodverbindungen bei An- oder Abwesenheit von Alkohol oder einem ähnlichen Lösungsmittel, event. unter Druck, auf eine Temperatur von über 100° so lange erhitzt, bis eine Zunahme an Bläuung der Nüance nicht mehr wahrnehmbar ist.

Neue β -Naphthylamin- und β -Naphtholdisulfosäure (C) von L. Casella & Co. (D.R.P. No. 65 997).

Patent-Ansprüche: 1. Das Verfahren zur Gewinnung von Salzen der β -Naphthylamin-disulfosäure C, darin bestehend, dass die Naphthalindisulfosäure 1.5 in Schwefelsäure kalt nitriert, die schwerlösliche Nitrosäure in Form des Natron- oder Kalisalzes von der leicht löslichen Nitrosäure getrennt und erstere mit Reductionsmitteln behandelt wird.

2. Das Verfahren zur Darstellung von Salzen der β -Naphtholdisulfosäure C, darin bestehend, dass die Diazoverbindung der nach dem durch Anspruch 1. geschützten Verfahren dargestellten β -Naphthylamin-disulfosäure C mit Wasser erhitzt wird.

Triphenyl- und Diphenylnaphtylmethanfarbstoffe der Farbenfabriken vorm. Fr. Bayer & Co. (D.R.P. No. 66 072).

Patent-Anspruch: Neuerung in dem Verfahren zur Darstellung von Farbstoffen der Triphenyl- bez. Diphenylnaphtylmethanreihe, darin bestehend, dass man:

1. anstatt Tetramethyldiamidobenzhydrol mit Salicylsäure, m-Kresotinsäure oder 1.8-Naphtholmonosulfosäure zu gleichen Moleculen zu vereinigen, hier entweder auf die im Haupt-Patent (58 483, d. Z. 1891, 866) beschriebenen Leukokörper ein zweites Molecul Tetramethyldiamidobenzhydrol einwirken lässt, oder aber auch direct 2 Molecul Tetramethyldiamidobenzhydrol mit den genannten Säuren bei Gegenwart von Condensationsmitteln vereinigt;

2. die nach dem durch Anspruch 1. geschützten Verfahren erhältlichen Leukoverbindungen zu Farbstoffen oxydirt.

Trisazofarbstoffe derselben Farbenfabriken (D.R.P. No. 65 480). Disazofarbstoffe erhalten dieselben (D.R.P. No. 66 021) aus 1.8-Dioxynaphtalinsulfosäure. — Farbstoffe aus Alizarinbordeaux derselben (D.R.P. No. 66 153).

Fettindustrie, Leder u. dgl.

Beseitigung der beim Sieden von Lacken und Firnissen gebildeten

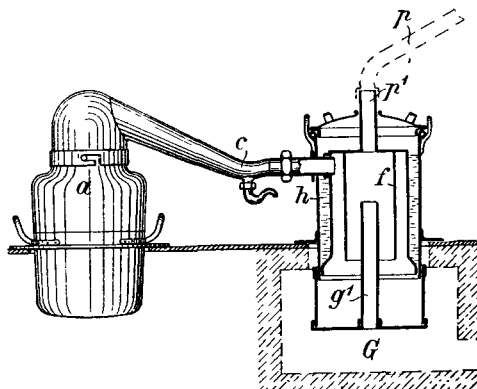


Fig. 21.

Dämpfe. Wenn nach G. Flashoff (D.R.P. No. 65 638) Rohr *g'* (Fig. 21) an einen

Absaugeschacht *G* angeschlossen ist, *p'* aber mit der Luft in Verbindung steht, treten die im Siedekessel *a* entwickelten und durch das Rohr *c* in den ringförmigen Hohlraum zwischen der wassergekühlten Wandung und der Glocke *f* geleiteten Dämpfe unter die letztere, wobei die nicht verdichtungsfähigen Gase durch das Rohr *g'* entweichen, während durch das Rohr *p'* Kühlluft angesaugt wird. Ist hingegen an das Rohr *p'* ein Kaminrohr *p* angeschlossen, das Rohr *g'* aber mit der Luft in Verbindung, so steigen die nicht verdichtungsfähigen Gase aus der Glocke *f* nach oben, und die Kühlluft tritt von unten ein, um mit den erwähnten Gasen durch das Kaminrohr abgeleitet zu werden.

Dünger, Abfall.

Über die Bestimmung von zurückgegangener Phosphorsäure theilt Charles Gibson Folgendes mit (Chem. N. 66 S. 209). In den Vereinigten Staaten wird nach der officiellen Methode die zurückgegangene Phosphorsäure durch Behandeln der Probe mittels einer neutralen Ammoniumcitratlösung bestimmt, und es hatten sich bis dahin keine nennenswerthen Schwierigkeiten gezeigt. In letzter Zeit wurde aber ein hochprocentiges Aluminiumphosphat in den Handel gebracht, bei welchem sich die Methode als vollkommen unzulänglich erwies. Eine Probe, die nach der Untersuchung des Verf., der alkalische Ammoniumcitrat nach Joulie gebrauchte, 34,74 Proc. zurückgegangene und 47,0 Proc. Gesamtposphorsäure hielt, ergab in einem Laboratorium 34,73 bez. 47,04 Proc., in einem zweiten aber 19,40 bez. 45,46 Proc., obwohl beide genau nach der officiellen Methode arbeiteten. Den Grund dieser Verschiedenheiten findet Verf. in der Reaction der Ammoniumcitratlösung. Er stellte drei Lösungen her: A. genau nach der officiellen Angabe. Die Lösung zeigte weder gegen empfindliches rothes Lackmuspapier noch gegen blaues irgend eine Reaction. B. Die Lösung A wurde mit so viel Ammoniak versetzt (etwa 1 cc auf den Liter), dass Lackmuspapier eben alkalische Reaction anzeigte. C. Diese Lösung wurde stark alkalisch nach Joulie's Angaben bereitet. Wurde das Aluminiumphosphat genau nach Angabe der officiellen Methode $\frac{1}{2}$ Stunde lang mit den drei Flüssigkeiten behandelt,

so wurde als Mittel aus drei Bestimmungen erhalten:

A.	B.	C.
19,77 Proc.	31,66 Proc.	26,91 Proc.,
während eine einstündige Behandlung		
A.	B.	C.
31,39 Proc.	34,73 Proc.	34,73 Proc.

ergab.

Hieraus ergibt sich, dass für Aluminiumphosphat die halbstündige Digestion unzureichend ist, dass die nach den officiellen Angaben hergestellte Lösung die ganze Menge der zurückgegangenen Phosphorsäure erst nach einer längeren Digestion vollkommen zu lösen vermag, dass aber eine nur geringe Änderung der Vorschriften gute und übereinstimmende Zahlen erzielen lässt. Gibson schlägt deshalb vor, statt der neutralen die schwach alkalische Lösung zu gebrauchen und die Zeitdauer der Digestion auf eine Stunde zu verlängern. v. R.

Patentanmeldungen.

Klasse:

(R. A. 5. Dec. 1892.)

6. G. 7711. Durch sein Kühlwasser umsteuerbarer Kühler. (Zus. z. P. No. 46 406). — J. Geyer in Löbau. 26. Sept. 1892.
- P. 5926. Verfahren zur Herstellung von Malzextractbier. — H. Palm in Hamburg. 14. Sept. 1892.
8. Sch. 7983. Verfahren zum Färben mit Reductionsproducten der Molybdänphosphorsäure. — F. W. Schmidt in München. 28. April 1892.
12. C. 4166. Verfahren zur Darstellung von Borsäure und Borax aus borsäurehaltigen Mineralien. — Chemische Fabrik Bettenhausen — Marquart & Schulz — in Bettenhausen-Cassel. 13. Juni 1892.
- F. 6073. Verfahren zur Darstellung von 1-p-Äthoxyphenyl-3-methyl-5-pyrazolon. (Zus. z. P. No. 32 277.) — Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning in Höchst a. M. 24. Mai 1892.
18. G. 7644. Verfahren zum Frischen von Roheisen mit gepresstem Gas. — F. Graszmann in Marchienne an Pont, Belgien. 15. Aug. 1892.
22. C. 4164. Verfahren zur Darstellung von beizenfärbenden Disazofarbstoffen aus Diamidosalicylsäure. — Leopold Cassella & Co. in Frankfurt a. M. 10. Juni 1892.
- D. 4903. Verfahren zur Darstellung von α -Amido- β -naphthol- α -sulfosäure. — Dahl & Comp. in Barmen. 31. Aug. 1891.
- L. 6597. Verfahren zur Darstellung blauer basischer Farbstoffe. (Zus. z. P. No. 62 367.) — A. Leonhardt & Co. in Mühlheim i. H. 7. März 1891.
- R. 7383. Verfahren zur Herstellung eines Lösungsmittels für Schellack und ähnliche Harze. — W. Read jr. in Needham, Massachusetts, V. St. A. 18. Juli 1892.
26. G. 7583. Theer- und Ammoniakseider. — J. Goetz in Berlin. 16. Juli 1892.
32. P. 5494. Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung von Glaskugeln, Glasflaschen, Glasröhren und dergl. — R. S. Pease in Minneapolis. 23. Nov. 1891.
- S. 6688. Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung gläserner Röhren. — P. Sievert in Dohlen bei Dresden. 17. Juni 1892.
53. G. 7474. Gefäß zum Pökeln von Fleisch. — E. Goll in Offenbach a. M. 21. Mai 1892.
89. M. 8709. Verdampf- und Destillirapparat. (3. Zus. z. P. No. 52 975.) — Actien-Gesellschaft Maschinenfabrik Grevenbroich in Grevenbroich. 20. Febr. 1892.