

Zeitschrift für angewandte Chemie.

1893. Heft 3.

Verfahren zur Herstellung von Benzidinsulfat.

Von

Herm. Teichmann.

Trotzdem das Benzidin seit einer Reihe von Jahren in grossem Maassstab fabrikmässig gewonnen wird und die Art und Weise seiner industriellen Erzeugung zahlreichen Fachgenossen bekannt ist, habe ich doch die mir zugängliche Literatur vergebens nach einer einfachen Methode durchsucht, welche die Überführung des Nitrobenzols in das Diamin in einer zusammenhängenden Operation erlaubt.

Im Nachstehenden theile ich ein die Anwendung von Alkohol umgehendes Verfahren zur Herstellung des Sulfats mit, welches ich auf Veranlassung des Herrn Prof. Haeussermann ausgearbeitet habe und bemerke, dass die Abscheidung der freien Base aus dem Sulfat in beliebiger Weise vorgenommen werden kann.

100 g Nitrobenzol, 80 g Natronlauge von 1,4 spec. Gew. und 500 cc Wasser werden in einem mit Rückflussrohr versehenen Kolben auf dem Wasserbad erwärmt. In diese Flüssigkeit werden etwa 160 g Zinkstaub in kleinen Portionen innerhalb 6 bis 8 Stunden unter fleissigem Umschütteln eingetragen, worauf eine fast vollständige Entfärbung der Flüssigkeit eintritt.

Nach dem Erkalten wird der Kolbeninhalt allmählich in etwa 1,5 l arsenfreie Salzsäure von 1,2 spec. Gew. einfliessen gelassen, wobei man die Temperatur eventuell unter Zusatz von etwas Eis möglichst niedrig hält.

Wenn alles eingetragen ist, erhitzt man die Flüssigkeit durch Einleiten von Dampf zum Sieden und filtrirt heiss von einer geringen Menge Harz ab.

Das Filtrat, aus welchem beim Erkalten das schwer lösliche Chlorhydrat ausfällt, wird sofort mit einer gesättigten Glaubersalzlösung versetzt, worauf sich beinahe die gesammte Menge des Benzidins in Form des schwefelsauren Salzes abscheidet. Nach dem Absaugen, Waschen mit Wasser und Trocknen stellt dasselbe ein graublaues Pulver

dar, dessen Menge etwa 90 Proc. vom Gewicht des angewandten Nitrobenzols beträgt.

Das so erhaltene Product enthält durchschnittlich 2,5 Proc. Asche, was jedoch in den meisten Fällen ohne Bedeutung ist.

Was die Quantität des gleichzeitig entstehenden Anilins betrifft, so können aus dem Reductionsproduct etwa 5 g durch Abblasen mit Wasserdampf isolirt werden; der Procentsatz an bei der Umlegung entstehendem Diphenylin ist verhältnissmässig gering.

Stuttgart, chem.-technolog. Lab. der techn. Hochschule.

Eine Schüttelvorrichtung zur Extraction von Superphosphaten.

Von

Dr. A. Keller.

Nach den Beschlüssen des Vereins deutscher Düngerfabrikanten soll die Extraction von Superphosphaten unter beständigem Schütteln erfolgen. Trotzdem lässt man in vielen Laboratorien die Lösung, wie früher üblich, ruhig stehen und schüttelt nur von Zeit zu Zeit einmal durch. In den meisten Fällen wird bei beiden Verfahren ein und dieselbe Menge wasserlösliche Phosphorsäure gefunden. Ebenso bekannt ist es aber auch, dass in gewissen Fällen, namentlich bei stark getrockneten Superphosphaten, erhebliche Differenzen entstehen können. Der Grund, warum in manchen Laboratorien nicht geschüttelt wird, liegt häufig in dem Mangel einer Schüttelmaschine. Die gewöhnlich gebräuchlichen sind entweder theuer, verlangen zum Betrieb einen besonderen Motor oder müssen mit der Hand bewegt werden. Ich habe mir deshalb eine Schüttelvorrichtung construiert, die ebenso einfach wie gut wirkend ist und die zum Betriebe nur eine Wasserleitung verlangt.

Wie aus nebenstehender Skizze ersichtlich, wirkt der Schüttler ähnlich einem Schaukeltroge. In dem eisernen Gestell *g* ist bei *d* ein Schwengel von dünnem Band-eisen drehbar gelagert. Der eine Arm der Schaukel dient zur Aufnahme der zu schüt-

telnden Flasche, während der andere Arm eine Schaufel *s* aus Zinkblech trägt. Die Flasche wird durch einen festsitzenden, halbdurchbohrten Kautschukstopfen geschlossen, mit einer Schraube gegen ein Holzbrettchen *b* gedrückt und so festgehalten. Die Schraube hat vorn eine etwa 1 cm lange Spitze, welche in die Bohrung des Stopfens eindringt und so die Flasche vor seitlichem Ausweichen schützt. Ist die Maassflasche zu

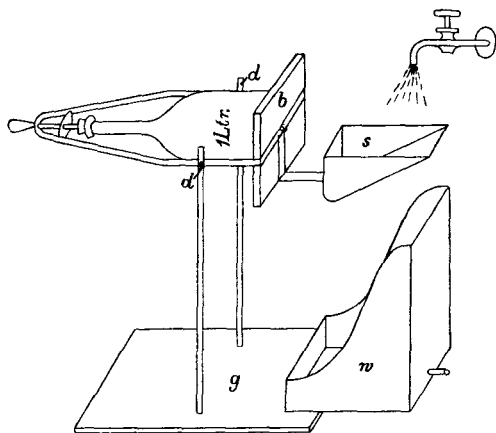


Fig. 42.

etwa $\frac{4}{5}$ gefüllt, so sinkt sie durch ihr eigenes Gewicht zu Boden. Lässt man Wasser in die Schaufel *s* fließen, dann bekommt diese das Übergewicht, sie senkt sich und die Flasche wird entsprechend gehoben. Letztere fällt jedoch gleich wieder zurück, weil das Wasser inzwischen aus der Schaufel ausgeflossen ist. Je nachdem man das Wasser laufen lässt, kann man den Apparat in beständigem Schwingen erhalten oder ihn nur alle paar Minuten eine Bewegung machen lassen.

Um das Herumspritzen von Wasser zu verhüten, befestigt man zweckmässig einen dünnen Gummischlauch in der Schaufel, welche dann auch oben verschlossen sein kann, und führt durch diesen das Wasser zu. Natürlich muss der Schlauch genügend lang sein und so aufgehängt werden, dass er die Bewegungen des Schwengels nicht hindert. Das ablaufende Wasser kann man entweder in einem Becken auffangen oder falls ein solches nicht vorhanden ist, durch ein besonderes Gefäss *w* und von diesem durch einen Gummischlauch weiterleiten. Der Wasserverbrauch ist ein recht geringer. Mit etwa 20 l Wasser lässt sich eine Literflasche $\frac{1}{2}$ Stunde lang kräftig durchschütteln. Um mit einem Minimum an Wasser auszukommen, kann man den Schwengel durch Anhängen eines Bleistreifens so abbalanciren, dass bei richtig gefüllter Maassflasche diese

gerade das Übergewicht hat und etwa 45° oder etwas mehr nach unten geneigt ist.

Nach demselben Princip lassen sich auch Apparate herstellen für eine beliebige Anzahl von Flaschen. Je grösser die Maschine, desto günstiger der Wasserverbrauch. Beispielsweise braucht ein Apparat für vier Flaschen eine Schaufel von nur 200 cc Inhalt.

Der beschriebene Apparat (für eine bis zu 10 Flaschen) ist vom Mechaniker Georg Anton in Darmstadt zu beziehen.

Über Darstellung der Überchlorsäure und Kalibestimmung mittels Überchlorsäure bei Gegenwart von schwer- und nichtflüchtigen Säuren.

Von

R. Caspari.

In dieser Zeitschrift, Jahrgang 1891, Heft 23 und 1892, Heft 8 hat W. Wense eine Methode der Bestimmung des Kaliums als Perchlorat beschrieben. Durch tägliche Anwendung dieses Verfahrens seit Jahresfrist habe ich mich von seiner Genauigkeit und den Vortheilen überzeugt, welche dasselbe namentlich bei der Untersuchung schwefelsäurehaltiger Producte der Kaliindustrie gegenüber dem bis dahin allgemein üblichen Platinchloridverfahren bietet. Es erschien mir deswegen als lohnende Aufgabe, einerseits eine leichte Darstellungsweise der Perchlorsäure aufzusuchen, andererseits festzustellen, ob der Methode auch für den häufig vorkommenden Fall der Untersuchung von Düngemitteln, überhaupt solcher Stoffe der Vorzug zu geben ist, deren Bestandtheile neben Kalium die verschiedensten Metalloxyde, sowie schwer- und nichtflüchtige, aber in Alkohol lösliche Säuren sind.

Meine diesbezüglichen Arbeiten, zu denen mich Herr Dr. Wense anregte, sind in Nachfolgendem mitgetheilt.

I. Darstellung der Überchlorsäure.

Die üblichen Verfahren der Herstellung der Überchlorsäure kränken mehr oder weniger an Umständlichkeit, Kostspieligkeit und theilweise geradezu an Gefährlichkeit. Nach eingehender Prüfung fand ich nun den folgenden Weg für den geeignetsten, die Überchlorsäure in einer für Analysenzwecke passenden Beschaffenheit auf einfache, ungefährliche und billige Weise zu gewinnen. Ich ging von der in Graham-