

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. Haussermann 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 Düngерfabrikanten 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 construirt, 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-