

Schnitzel in quantitativer und qualitativer Beziehung Nährstoffe nur in dem Verhältniss mehr verloren, als der natürlich vergrösserten Menge Presswasser entspricht. Dieser Verlust ist aber verschwindend klein gegenüber den bedeutend geringeren Trocknungskosten, die Schnitzel von 20 Proc. und weniger Trockensubstanz erfordern. Auffallend ist es, dass in dem beim starken Pressen der zerkleinerten Schnitzel resultirenden Wasser mehr Proteïnsubstanzen in Lösung zu sein scheinen. Wir beabsichtigen, in dieser Richtung noch weitere Untersuchungen anzustellen.

Ob es im Grossen gelingen wird, durch Zerkleinern und starkes Abpressen der Schnitzel ein geeignetes Material für den Trockenapparat zu gewinnen, ist vorläufig noch fraglich. Es würde keine Schwierigkeiten bieten, die Schnitzel in entsprechender Weise zu zerkleinern, aber beim Abpressen dieses Materials in den jetzt gebräuchlichen Apparaten würden sehr viel feine Antheile durch die Siebbleche hindurch und verloren gehen. Ausserdem würden, wenigstens in der Büttner & Meyer'schen Darre, durch den kräftigen Luftstrom viel feine leichte Schnitzel fortgeführt werden. Ist doch dieser Verlust selbst bei der heutigen Arbeitsweise nicht ganz gering.

Zur Untersuchung von Knochenmehl.

In Folge meiner auf S. 74 d. Z. veröffentlichten Abhandlung „Über die Untersuchung des Knochenmehls u. s. w.“ theilte mir Herr Prof. Emmerling mit, dass von Herrn Dr. Otto Lange an der Versuchsstation Kiel i. J. 1888 (Chemztg. 1888) eine Reihe vergleichender Bestimmungen ausgeführt sind, deren Resultate sich im Wesentlichen mit den von mir erhaltenen decken. Wie ich aus dem mir zur Verfügung gestellten Separatabdrucke ersehe, hat der genannte Verf. 8 verschiedene Proben einmal nach der bislang üblichen Methode getrennt auf P_2O_5 und N untersucht und einmal die Bestimmung durch Aufschliessen mit Schwefelsäure und Kupferoxyd vorgenommen. Sämmtliche nach der Citratmethode ausgeführte Analysen ergaben befriedigend übereinstimmende Zahlen mit den nach der Molybdänmethode erhaltenen.

So sehr ich auch bedauere, von der fraglichen Arbeit nicht schon vorher Kenntniss gehabt zu haben, so muss ich doch andererseits bemerken, dass der Name des Herrn Lange in meiner Abhandlung gewiss nicht gefehlt haben würde, wenn bisher auf die vor mehr als drei Monaten erschienene Veröffentlichung Mats Weibull's eine diesbezügliche Richtigestellung erfolgt wäre.

Herr Lange bemerkt am Schlusse seiner Abhandlung: „Erweist sich die Methode als zuver-

lässig, so könnte sie, nachdem besonders seit Einführung des Gooch'schen Tiegels die Citratmethode berufen zu sein scheint, die Uranmethode gänzlich zu verdrängen, vielleicht eine wesentliche Vereinfachung der Knochenmehlanalysen zur Folge haben.“

Da nach dem jetzt darüber vorliegenden reichlichen Material an der Zuverlässigkeit der Methode ein Zweifel kaum mehr bestehen dürfte, schliesse ich mich dem Wunsche des Herrn Prof. Emmerling, dass die vereinfachte Methode wenigstens jetzt nach $4\frac{1}{2}$ Jahren allgemein eingeführt würde, um so mehr an, als dieselbe nicht nur ein schnelleres Arbeiten ermöglicht, sondern — wie ich ausführlich darlegte — auch richtigere Resultate gibt. Mit der Einführung derselben würden voraussichtlich die bislang so häufigen Analysendifferenzen in verschiedenen Proben derselben Waare, wenn auch nicht ganz verschwinden, doch auf ein geringeres Maass zurückgedrängt werden.

Rendsburg, den 9. Februar 1893.

Dr. W. Hess.

Analysen von Salzsoolen und Kochsalz.

Berichtigung.

In unserem auf S. 43 d. Z. erschienenen Aufsatz: „Wie sollen Analysen von Salzsoolen und Kochsalz ausgeführt und berechnet werden“ ist in der Schlusstabelle der Chlornatriumgehalt der Soolen von Dieuze (I), Montmorot (II), Bex (III) und Bex-St. Helène (IV) aus Versehen fehlerhaft angeführt worden, was wir somit berichtigen wollen.

Die Zusammensetzung dieser Soolen ist bei richtiger Berechnung der Analysen die folgende:

	Soolen (g im Liter)			
	I Dieuze	II Montmorot	III Bex	IV Bex (St. Helène)
Na Cl	294,53	297,61	315,98	282,70
Mg Cl ₂	4,53	3,65	9,44	23,47
Ca SO ₄	3,11	2,85	3,46	1,80
Mg SO ₄	5,15	5,36	5,79	0,39
Na ₂ SO ₄	1,04	5,63	1,68	0,42

J. und S. Wiernik.

Hüttenwesen.

Zur elektrolytischen Gewinnung von Zink aus Zinkblende. Nach G. E. Cassel und F. A. Kjellin (D.R.P. No. 67 303) besteht die Kathode aus einer Zinkplatte, die Anode aus Eisen oder einem anderen Metall, während die Elektroden mittels einer porösen Wand von Thon o. dgl. getrennt werden. Die Kathode wird mit einer Lösung von Zinkvitriol umgeben, welches in gewöhnlicher Weise durch Röstung von Schwefelzink und Auslaugung mit Wasser gewonnen ist; die Anode dagegen wird mit

Eisensulfat oder mit schwefelsaurem Oxyd desjenigen Metalles umgeben, welches man als Anode anwendet. Beim Gang des Stromes durch den Elektrolyt soll Zink auf die Zinkplatte niedergeschlagen und eine äquivalente Menge Eisen aufgelöst werden.

Zum Ablösen der Nickel- bez. Nickelkupferschicht von plattirten Blechen werden nach F. Heltmann (D.R.P. No. 67 178) die Abfälle in einer Retorte bis zur anfangenden Glühhitze erhitzt und sodann der zur Schwefelung des Nickels bez. des Nickelkupfers nöthige Schwefel hinzugefügt. Die Retorte wird nun luftdicht verschlossen und die Bleche oder Abfälle durchglühen gelassen. Der Schwefel verbindet sich mit dem Metall und die aufgewalzte Nickel- bez. Nickelkupferschicht lässt sich nach dem Erkalten mittels Hämmern leicht entfernen.

Aluminiumlegirungen. H. Solbisky (D.R.P. No. 66 937) verwendet eine Legirung aus gleichen Theilen Nickel und Zinn, welche sich mit Aluminium leicht verbindet. Er empfiehlt:

Aluminium	Nickel (Kobalt)	Zinn	Kadmium	Härte (Eisen = 1000)
90	1	5	4	580
95	1	1	3	442
96½	0,5	0,5	2,5	380

Bei der Darstellung verfährt man am zweckmässigsten so, dass man zunächst das Aluminium und die Nickel- (Kobalt-) Legirung zusammenschmilzt und zur Schmelzmasse das Kadmium entweder rein oder als Kadmiumzinn bez. Kadmiumaluminium hinzufügt. Die nach diesem Verfahren hergestellten weissen Aluminiumlegirungen sind hart und widerstandsfähig gegen Druck, in Folge dessen auch gut zu bohren und zu drehen, ferner dehn- und stanzbar und durch den Kadmiumgehalt auch federnd.

Zur gleichzeitigen Härtebestimmung einer Reihe von Probirstücken will C. A. Caspersson (D.R.P. No. 67 278) den elektrischen Strom in folgender Weise verwenden.

Anstatt, wie nach Pat. 48 455, die Probe- und Normalstücke mittels eines starken elektrischen Stromes bis zum Abschmelzen zu erhitzen und aus der Reihenfolge des Abschmelzens den Härtegrad des zu prüfenden Eisens und Stahls zu bestimmen, kann man auch einen schwächeren Strom benutzen und die Härtegrade nach der Temperatur bestimmen, welche die Stücke nach einer bestimmten Einwirkungsdauer des Stromes angenommen haben, bez. nach der Reihenfolge, in

welcher die Stücke eine bestimmte Temperatur erreichen.

Hierbei kann man die Temperaturen entweder mit Hülfe von Thermometern messen, welche mit den bezüglichen Stücken in Berührung gesetzt werden, oder irgend eine Einrichtung benutzen, welche dem Beobachter angibt, wann die bezüglichen Stücke eine bestimmte Temperatur angenommen haben. Im ersteren Falle beobachtet man die verschiedenen Temperaturgrade, und da das härteste Stück das erste ist, welches bei der Behandlung schmelzen, d. h. die dazu erforderliche Temperatur annehmen wird, so zeigt dieses Stück auch die höchste Temperatur, die weniger harten Stücke dagegen je nach ihrem Härtegrad entsprechend niedere Temperaturen. Man findet auf diese Weise leicht und direct, zwischen welchen Normalstücken, d. h. zwischen welchen Härtegraden ein Probestück einzureihen ist. In letzterem Falle schaltet man aus dem Stromkreis nach und nach die härtesten Stücke aus, sobald sie diejenige Temperatur annehmen, welche die benutzte Einrichtung angibt, oder man lässt sie sämtlich bis zum Schluss der Beobachtung im Stromkreis eingeschaltet, sofern nicht während derselben die Temperatur in den härtesten Stücken zu sehr steigt. Für die letzterwähnten Beobachtungen kann man irgend ein Material benutzen, welches bei einer bestimmten, verhältnissmässig niedrigen Temperatur Form oder Aussehen verändert, z. B. ein leicht schmelzendes Metall oder eine Legirung, welche in Form eines gebogenen Drahtes an den Stücken angebracht wird. Die Reihenfolge, in welcher dieses Metall oder diese Legirung an den bezüglichen Stücken schmilzt, gibt die Reihenfolge an, welche die letzteren in der Härtereihe einnehmen. Man kann auch Fäden von Baumwolle oder Leinen zu diesem Zweck benutzen, und zeigt dann die Reihenfolge, in welcher solche Fäden anfangen zu brennen oder sich zu bräunen, die Reihenfolge der Härte an.

Bei der Benutzung von Thermometern kann man in der Weise verfahren, dass man Thermometer benutzt, die neben der Wärmescala auch mit einer Härtescala versehen sind. Zur Herstellung eines solchen Thermometers verfährt man so, dass man in einen Stromkreis Normalstücke von verschiedener Härte einschaltet, an jedem derselben ein Thermometer anbringt und sodann die Stücke mittels des elektrischen Stromes eine bestimmte Zeit lang erhitzt, worauf die Härtegrade der Normalstücke neben den bezüglichen Temperaturgraden, welche die Thermometer angenommen haben, eingezeichnet werden. Will man mit Hülfe einer solchen Scala eine Bestimmung ausführen, so nimmt man irgend ein Normalstück, welches innerhalb der Werthgrenze der Scala liegt, z. B. 0,75, und schaltet es nebst dem Probestück oder den Probestücken (wenn mehrere Eisensorten probirt werden sollen) in die Leitung, legt an jedes Stück ein wie angegeben eingerichtetes Thermometer an und lässt den Strom so lange hindurchfliessen, bis das Normalstück so weit erwärmt ist, dass sein Thermometer auf 0,75 der Härtescala steht. Hierauf stellt man den Strom ab und beobachtet die Thermometer der Probestücke; wenn dann eines derselben z. B. 1,45 der Härtescala zeigt, so hat

das betreffende Stück eine Härte von 1,45; zeigt ein anderes Thermometer z. B. 0,27, so besitzt das Stück die Härte 0,27 u. s. w.

Um Zink von Schwefel und Arsen zu befreien, empfiehlt H. Lescoeur (C. r. 116 S. 58), dasselbe zuerst mit Salpeter und dann mit Chlorzink zu behandeln. Das Arsen verflüchtigt sich als Arsentrichlorid.

M.

Apparate.

Verbrennungsofen für Elementaranalyse von M. Kähler & Martini und F. Fuchs (D.R.P. No. 66 281) wurde bereits d. Z. 1892, 571 beschrieben.

Elektrischer Ofen. Werden nach F. v. Poschinger (D.R.P. No. 67 083) Schmelzöfen, Muffeln u. dgl. innen mit Stoffen ausgekleidet, welche zwar den elektrischen Strom leiten, ihm jedoch einen gewissen Widerstand entgegensetzen, und lässt man einen entsprechend starken Strom durch diese Ofenauskleidung gehen, so wird sie zum Erglühen kommen. Die auf diese Art erzeugte Wärme soll theils direct, theils indirect in den Hüttenbetrieben, ja auch als Heizöfen für bewohnte Räume verwendet werden. Zu diesem Zweck soll man der Masse, aus welcher die Ofenbausteine gemacht werden, eine solche Menge fein gemahlener Graphits zusetzen, dass die Steine mässige Elektricitätsleiter werden; mit ihnen werden die Innenwände der Öfen an jenen Stellen, welche Hitze abgeben sollen, bekleidet. Auch kann man so verfahren, dass man die Ofensteine zum grössten Theil ihrer Masse aus dem gewöhnlichen Material herstellt und nur eine dünne Schicht desselben Materials, aber mit gemahlenem Graphit geeignet vermengt, auf eine Seite der Steine aufträgt. Die Verbindung der leitenden Schicht der Ofensteine mit den elektrischen Zuführungsdrähten geschieht durch Hineinmauerung eines ebenso breiten Bleches wie die Schicht der Ofensteine aus widerstandsfähigem, gut leitendem Material.

Eine einfache Vorrichtung, um mit Hilfe des elektrischen Lichtbogens Schmelzversuche vorzunehmen, beschreibt Henri Moissau (C. r. 115 S. 1031). Dieselbe besteht aus 2 auf einander passenden Steinen von gebranntem Kalk, deren unterer eine Rinne zur Aufnahme der Elektroden und in der Mitte eine kleine Vertiefung als Tiegel enthält. Mit Hilfe eines Stromes von 450 Amp. und 70 V. gelangte er so zu einer Hitze von etwa 3000°. Bei 2500

krystallisiren Kalk, Strontian, Magnesia; die Oxyde des Nickel, Kobalt, Mangan, Chrom werden durch Kohle in kurzer Zeit reducirt; aus Thonerde mit etwas Chromoxyd wurden kleine Krystalle von Rubin erhalten. Bei 3000° schmilzt der Kalk.

M.

Nach J. Violle (C. r. 115 S. 1273) hat die heisseste Stelle des elektrischen Lichtbogens eine Temperatur von 3500° und ist dies zugleich die Temperatur der Verflüchtigung des Kohlenstoffs.

M.

Unorganische Stoffe.

Bestimmen von kleinen Mengen Blei in Gegenwart von Kupfer und Eisen von F. L. Teed (J. Anal. 1892 S. 172).

In Schwefelsäure lassen sich die kleinsten Mengen Blei entdecken durch Zusatz von etwas Salzsäure und Verdünnen mit Wasser unter starker Abkühlung. Dies Verfahren benutzt man auch, um Blei in organischen Massen aufzufinden. Diese werden eingeäschert, der Rückstand mit Salpetersäure behandelt, mit conc. Schwefelsäure erwärmt und wie oben das Blei mit Salzsäure nachgewiesen. In den Limonaden und Sodawässern findet sich häufig Blei neben dem schwach giftigen Kupfer und indifferenten Eisen. Um nun Blei neben den beiden letzteren Metallen nachzuweisen, wird eine bestimmte Menge der zu untersuchenden Flüssigkeit mit einigen cc Ammoniak und etwas Cyankalium versetzt. Wird nun ein oder zwei Tropfen Schwefelammonium zugefügt, so entsteht eine Färbung von Schwefelblei, während Kupfer und Eisen keine Veränderung erleiden, Eisen natürlich nur dann, wenn die Flüssigkeit wie die Limonade Weinsäure hält. Ist keine Weinsäure vorhanden, so setzt man solche vorher zu. Zur Bestimmung der Bleimenge benutzt man eine Bleilösung von bekanntem Gehalt und vergleicht colorimetrisch.

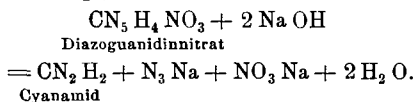
v. R.

Trennung von Baryum und Calcium nach P. E. Browning (J. Anal. 1892 S. 343). Wird Baryumnitrat, wie in der Abhandlung S. 84 beschrieben, mit Amylalkohol behandelt, so scheidet sich das Nitrat vollkommen aus und das Filtrat ist frei von Baryt. Es gelingt deshalb auf diesem Wege sehr gut, Baryumnitrat von Calciumnitrat zu trennen und ist schon eine einmalige Behandlung mit Amylalkohol zur vollkommenen Trennung genügend. Als Durchschnittsfehler ergibt sich + 0,2 mg Ba O und — 0,2 mg Ca O. Da das Baryumnitrat sich körnig, das Strontium dagegen kuchenartig

ausscheidet, so scheint dies der Grund, warum letzteres eine zweimalige Behandlung mit Amylalkohol verlangt. So leicht wie die Einzelnitrate ist auch ein Gemisch von Baryum- und Strontiumnitrat vom Calciumnitrat zu trennen. Nur ist hier, wie beim Strontiumnitrat allein, eine doppelte Fällung nothwendig.

Stickstoffwasserstoffsäure als Sprengstoff. Nach J. Thiele (D.R.P. No. 66806) gehen Diazoguanidinsalze (Pat. 65 584) unter der Einwirkung starker Alkalien oder beim Kochen mit Mineralsäuren in Stickstoffwasserstoffsäure über, unter gleichzeitiger Bildung von Cyanamid.

Eine Lösung von 1 Mol. eines Diazoguanidinsalzes wird mit etwas mehr als 2 Mol. Natronhydrat versetzt, wobei sehr rasch die Bildung von Stickstoffnatrium N_3Na erfolgt, z. B.

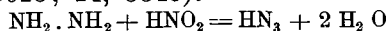


Die Lösung wird darauf mit einer Mineralsäure angesäuert und die Stickstoffwasserstoffsäure abdestillirt, die dann nach bekannten Methoden weiter in Salze übergeführt werden kann.

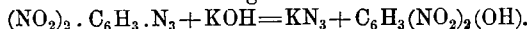
Anstatt die Säure abzudestilliren, kann man sie auch aus der ursprünglichen, u. U. neutralisirten oder angesäuerten Lösung durch Zusatz der Salze solcher Metalle, welche mit Stickstoffwasserstoffsäure schwer lösliche Salze bilden, z. B. von Blei-, Quecksilberoxydul- und Silbersalzen, als Metallsalze ausfällen. An Stelle von Natronhydrat lässt sich auch Kalihydrat, Kalk, Baryt, Strontian anwenden. Auch entstehen Salze der Stickstoffwasserstoffsäure bei Einwirkung von ammoniakalischer Silberlösung auf Diazoguanidinsalze und neben Amidotetrazotsäure bei der Einwirkung von Ammoniak selbst auf Diazoguanidinsalze, insbesondere bei Gegenwart gewisser Metallsalze (wie Zink- und Kupfersalze). Ausserdem kann man Stickstoffwasserstoffsäure auch durch Kochen von Diazoguanidinsalzen mit verdünnten Mineralsäuren, besonders Schwefelsäure erhalten. Man kocht am besten unter Rückfluss, so lange noch Stickstoffwasserstoffsäure entweicht, und fängt die Säure in Wasser oder Alkali auf. Nebenher entsteht bei diesem Verfahren etwas Amidotetrazotsäure.

Stickstoffwasserstoffsäure als Sprengstoff nach W. Wislicenus (D.R.P. No. 66 813). Die von Curtius entdeckte Stickstoffwasserstoffsäure wird erhalten ent-

weder durch Einwirkung von Salpetrigsäure auf organische Derivate des Hydrazins (Ber. 23, 3023; 24, 3345):



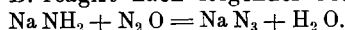
oder nach Nölting (Ber. 24, 2546) durch Spaltung des Dinitrodiazobenzolimids durch alkoholische Kalilauge:



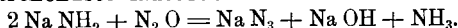
Man erhält jedoch die Stickstoffwasserstoffsäure auch auf einem anderen Wege, der theoretisch in der Condensation von Stickoxydul (Lachgas) mit Ammoniak beruht:



Die beiden Gase wirken allerdings nicht direct auf einander ein, selbst nicht, wenn man ihr Gemenge in der Wärme über eine starke Base mit wasserentziehenden Eigenschaften, z. B. Natronkalk oder Ätzkali, leitet. Wohl aber entstehen die betreffenden Salze der Stickstoffwasserstoffsäure, wenn man Stickoxydul über mehr oder weniger erwärmte Metallamide leitet. Das Natriumamid z. B. reagirt nach folgender Gleichung:



Da nach dieser Gleichung Wasser entsteht, das auf Natriumamid selbst wieder einwirkt, so ist die folgende Gleichung der zutreffendste Ausdruck für die Reaction:



In derselben Weise reagiren die anderen Metallamide, wie Kaliumamid und Zinkamid.

Auf derselben Reaction beruht auch die Bildung von stickstoffwasserstoffsäuren Salzen, wenn man ein Gemenge von Ammoniak und Stickoxydul über geschmolzenes Natrium oder Kalium leitet. Die Ausbeute bei dieser Form der Operation ist sogar nahezu ebenso gross wie in der ersten Form. Es wird zunächst z. B. Natriumamid und dann sofort Stickstoffnatrium gebildet.

1. Man vertheilt metallisches Natrium in mehrere Porzellanschiffchen, die sich in einer Verbrennungsröhre befinden, oder man gibt die ganze zu verarbeitende Portion Natriummetall in ein verschliessbares eisernes Gefäss und leitet unter Erhitzen einen trocknen Strom von Ammoniakgas über das Natrium. Sowie das Metall schmilzt, verwandelt es sich unter den Erscheinungen, die von Beilstein und Geuther (Ann. 108, 88) angegeben werden, in Natriumamid. Ist die Umwandlung vollständig, so wird der Ammoniakstrom durch einen trocknen Stickoxydulstrom ersetzt. Die Temperatur ist dabei am besten bei der Schmelztemperatur des Natriumamids zu halten, kann jedoch innerhalb ziemlich weiter Grenzen schwanken. Unter schwachem Blasenwerfen und unter Ammoniakentwicklung wird die Masse allmählich zu einer weissen, etwas

aufgeblähten Krystallmasse und die Reaction ist mit dem Aufhören der Ammoniakentwicklung als beendet anzusehen. Die Reaktionsproducte können dann in Wasser gelöst und unter Zufließenlassen verdünnter Schwefelsäure destillirt werden, wie es Curtius angibt. Das Destillat besteht aus einer reinen wässrigen Lösung von Stickstoffwasserstoffsäure, aus der alle Salze mit Leichtigkeit dargestellt werden können. An Stelle von Natrium kann auch Kalium genommen werden.

2. Zinkamid wird in Glas- oder anderen Gefässen in einem Strom von trockenem Stickoxydul erwärmt, am besten auf etwa 150 bis 200°, und das Reactionsproduct ebenso wie bei Beispiel 1. behandelt. Die Ausbeute an Stickstoffwasserstoffsäure ist etwas geringer.

3. Wenn man Stickoxydul und Ammoniak gleichzeitig über geschmolzenes Natrium oder Kalium leitet, so erhält man unter den gleichen Erscheinungen wie bei 1. stickstoffwasserstoffsäures Natrium oder Kalium. Die Ausbeute ist nur wenig geringer als bei der ersten Versuchsanordnung.

Zur Herstellung von Bleiweiss behandelt L. Labois (Engl. P. No. 9526) eine Lösung von dreibasischem Bleiacetat mit Kohlensäure. Die Ausscheidung wird unterbrochen, sobald die Basicität der Flüssigkeit ungenügend wird. Die Schleuder *M* (Fig. 68) zum Füllen und Auswaschen des

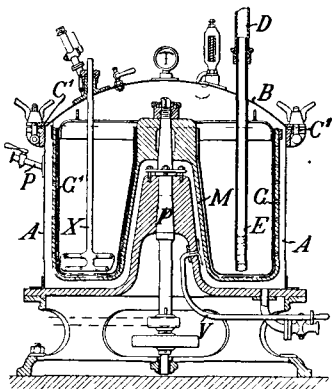


Fig. 68.

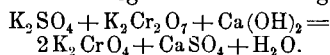
Bleiweisses ist mit einem Mantel *A* und Deckel *B* umgeben. *V* bezeichnet eine Dampfleitung, *DE* die Kohlensäurezuleitung und *P* die Ableitung der überflüssigen Gase. Das Gefäss *M* ist auf der Achse *P* befestigt und mit der inneren Bekleidung *G* versehen. Diese besteht aus Seitenwänden von Metallgewebe mit aufgelegtem Filtertuch und Boden aus Holz oder Metall und kann herausgehoben werden. Rührer *X* be-

zweckt eine bessere Mischung der Flüssigkeit. Während der Einleitung der Kohlensäure findet nur eine langsame Bewegung der Schleuder statt. Ist die Ausscheidung beendet und die Kohlensäure abgestellt, so wird volle Geschwindigkeit gegeben, wodurch die Mutterlauge abgetrieben wird. Zum Auswaschen etwa mit ausgeschiedenem Bleiacetat wird zum Schluss Dampf eingelassen.

v. R.

Verfahren zur Herstellung von Soda in festen Kuchen von H. Ostermaier (D.R.P. No. 67399) besteht darin, dass ungefähr 45 Th. fein gemahlener 98 bis 100proc. calcinirter Soda mit ungefähr 55 Th. Wasser in der Weise vermennt werden, dass die Soda gleichmässig in kaltes Wasser unter fortwährendem Umrühren möglichst schnell eingetragen wird, ohne dass eine vollständige Lösung der Soda eintritt. Es bildet sich dann unter Erwärmen eine milchige Flüssigkeit, welche, in Formen ausgegossen, darin rasch erstarrt und leicht wieder ausgeschlagen werden kann.

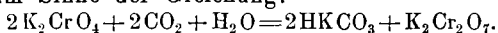
Zur Herstellung von Kaliumcarbonat werden nach P. Römer (D.R.P. No. 66533) Kaliumsulfat und Kaliumbichromat in molecularen Mengen in möglichst wenig Wasser, am besten bei 60 bis 80° gelöst, und genau mit Kalkmilch neutralisirt, wodurch Kaliumchromat und Calciumsulfat entstehen nach folgender Gleichung:



Die Masse darf nicht zum Kochen erhitzt werden, weil sonst schwer lösliche Verbindungen entstehen, die Kalium, Calcium, Chromsäure und Schwefelsäure enthalten, und zwar auf Kosten des erst gebildeten Kaliumchromats. Der entstandene Gyps wird aus der erhaltenen, eine Lösung von Kaliumchromat bildenden Flüssigkeit abgetrennt; die letztere enthält noch Calciumsulfat gelöst, das man durch Kaliumcarbonat als Calciumcarbonat ausfällt oder durch Eindampfen im Vacuum bei 80° entfernt. Statt des Kalkhydrats kann man auch Baryt oder Strontian anwenden.

Die Lösung des Kaliumchromats wird sodann bis zur Concentration einer bei 35 bis 40° gesättigten Chromatlauge eingedampft. Diese concentrirte Chromatlösung wird nun unter guter Kühlung mit Kohlensäure in einem Gefäss, welches mit einem Rührwerk versehen ist, behandelt. Dieses kann auch in den sog. Sättigungsapparaten vorgenommen werden, wie dieselben bei den Ammoniak-sodaprocessen zur Anwendung gelangen.

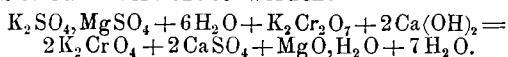
Hierbei arbeitet man am besten mit möglichst reiner Kohlensäure; man kann sich indessen dieser auch in der verdünnten Form bedienen, in welcher sie aus den Kalköfen gewonnen oder bei der nachstehend erwähnten Zerlegung des Kaliumbicarbonats regeneriert wird. Die Kohlensäure bewirkt Zersetzung im Sinne der Gleichung:



Das gebildete Kaliumbichromat fällt aus, während Kaliumbicarbonat und kleine Mengen Kaliumbichromat gelöst bleiben. Die Flüssigkeit wird dann vom ausgeschiedenen Bichromat getrennt und, falls die Gewinnung der hierbei regenerierten Kohlensäure beabsichtigt ist, in geschlossenen, mit entsprechenden Abzugsvorrichtungen versehenen Apparaten auf 45 bis 50° B. eingedampft. Es scheidet sich hierbei Kaliumchromat aus, und, falls der gelöste Gyps mit Kaliumcarbonat entfernt worden war, auch Kaliumsulfat. Die nun verbleibende sogenannte „Endlauge“ enthält in der Hauptsache Kaliumcarbonat neben geringen Mengen Kaliumchromat und liefert beim Abdampfen ein chromathaltiges Kaliumcarbonat.

Um hieraus chromfreies Kaliumcarbonat zu isolieren, wird die Lösung oder Endlauge unter Kühlung mit Kohlensäure gesättigt, wobei Kaliumbicarbonat krystallinisch ausfällt, während Chromat als Bichromat in Lösung bleibt. Durch wiederholtes Ausfällen mit Kohlensäure erhält man das Bicarbonat chromfrei und zerlegt schliesslich solches in Carbonat und Kohlensäure.

Nach dem Zusatzpat. 67 320 kann auch Schönit verwendet werden:



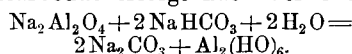
Die Weiterverarbeitung des Kaliumchromats auf Kaliumcarbonat geschieht auch hier durch Einleiten von Kohlensäure unter Bildung von Kaliumbicarbonat und Kaliumbichromat, von denen ersteres nach geeigneter Reinigung als solches in den Handel gebracht oder auf Kaliumcarbonat verarbeitet werden kann, während letzteres von neuem in den Process zurückgeführt wird.

Anstatt des reinen Schönits können auch noch andere kaliumsulfathaltige Salze verwendet werden, wie z. B. Kainit, Sylvinit.

Zur Darstellung reiner Thonerde aus Bauxit wird nach J. A. Bradburn und J. D. Pennock (D.R.P. No. 67504) gemahlener Bauxit mit einer Ätznatronlösung behandelt, die ungefähr 150 g Na₂O im Liter enthält; unter gleichzeitiger Erwärmung wird die Masse ungefähr 5 Stunden in einem Digestor durch Umrühren in solcher Be-

wegung gehalten, dass sich keine Klumpen bilden und alle Theile mit der Lösung in Bewegung kommen. Der Inhalt des Digestors wird dann filtrirt, der Rückstand wird von dem Filter genommen, mit Soda ungefähr in dem Verhältniss von 2½ bis 3 Th. Soda auf 2 Th. vorhandener Thonerde gemischt. Diese Mischung wird ungefähr 5 Stunden lang auf Rothglut erhitzt, dann in einen Behälter gebracht und mit der aus dem Digestor abfiltrirten Lösung ausgelaut.

Die Flüssigkeit nimmt hier eine trübe, rothe Färbung an, welche von der Einwirkung der alkalischen Lauge auf das Ferrioxyd des Minerals herrührt. Dieses wird nämlich in einen Zustand so feiner Zertheilung ausgeschieden, dass es suspendirt bleibt und selbst durch ein Filter oder eine Filterpresse mit durchgeht; auch wenn die Flüssigkeit mehrere Tage steht, setzt sich das suspendirte Ferrioxyd nicht. Die Klärung der Flüssigkeit wird durch gefälltes Aluminiumhydrat bewirkt, welches das Ferrioxyd mit niederreisst, und wird zu dem Zwecke ein bekanntes Fällungsmittel des Aluminiumhydrates, z. B. Kohlensäure oder Kalkmilch, so lange zugesetzt, bis das ausgeschiedene Aluminiumhydrat beginnt, die Flüssigkeit wolkig zu machen; dann wird abfiltrirt und so die eisenfreie Lösung erhalten. Dann wird aus der abfiltrirten Lösung alle übrige Thonerde durch Natriumbicarbonat unter Erhitzung und Umrühren ausgefällt, durch Filtriren von der Lösung geschieden und mit Wasser gewaschen. Die Umsetzung mit Natriumbicarbonat erfolgt nach der Gleichung:



Der aus der alkalischen Lösung gefällten Thonerde haften noch 2 bis 10 Proc. Ätznatron an, das nur durch lange fortgesetztes Waschen entfernt werden könnte. Man wäscht daher nur eine Zeit lang aus und erhitzt die Thonerde dann mit einer Salmiaklösung, welche das Ätznatron in Kochsalz verwandelt, ohne die Thonerde selbst zu beeinflussen; Kochsalz kann leicht ausgewaschen werden.

Ammoniakdestillirapparat. Die besonders zur Gewinnung von Ammoniak aus Gaswasser bestimmte Destillircolonne A (Fig. 69) von P. A. Mallet und A. Pagniez (D.R.P. No. 66 288) besteht wesentlich aus mit Scheidewänden versehenen Stützen *a*. Die Zerlegungscolonne B (Fig. 70 bis 73) besteht aus zwei Abtheilungen, welche durch zwei concentrische Reihen von Rohrstützen gebildet sind, so dass man das Ganze als eine doppelte Colonne betrachten kann, eine innere C und

eine äussere *D*, welche beide mit einander in keiner Verbindung stehen. Die innere Colonne *C* wird durch eine Reihe von Rohrstützen gebildet. Jeder derselben besteht aus einem äusseren, mit einer abwärts gebogenen Scheidewand *d''* ausgerüsteten Mantel *f*, einem Gefäss *c*, einem Röhrenbündel *d* mit Telleransatz *d'* und einem Tauchrohr *h*, welches letztere die condensirten Dämpfe aus dem oberen Gefäss *c* in das unmittelbar darunter liegende leitet, indem das Condensat über den Rand von *c* fällt, durch die seitlichen Öffnungen des Fusses *o* des Gefässes *c*

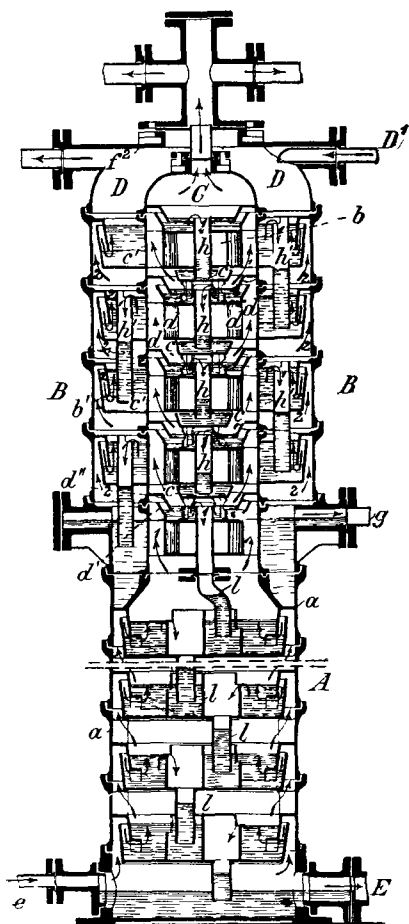


Fig. 69

nach dem Rohr *h* gelangt und in diesem niederrieselt. Ausser dem Rohrbündel *d* bestehen die Rohrstützen *b'* der äusseren Colonne aus denselben Elementen, wie vorhin beschrieben. *f'* ist der äussere Mantel, *c'* sind die ringförmigen Gefässe und *h'* die Tauchrohre.

Der äussere Mantel jedes Rohrstützens *b* oder *b'* ist mit einer Ringnuth *m* oder *m'* versehen, in welche eine ringförmige Leiste *n* oder *n'* des unmittelbar darüber befindlichen Stützens eingreift, so dass eine vollkommene Abdichtung erzielt wird.

Sollen in dieser Colonne Gaswässer behandelt werden, um Ammoniakcarbonat und -sulfhydrat von einander zu trennen und daraus das Ammoniak abzuscheiden, so lässt man diese kalten Wässer durch das Rohr *D'* in die äussere Colonne *D* einfließen, während durch das Rohr *e* Heizrampf einströmt. Das Wasser fliesst nach und nach durch alle äusseren Rohrstützen *b'* in Richtung der

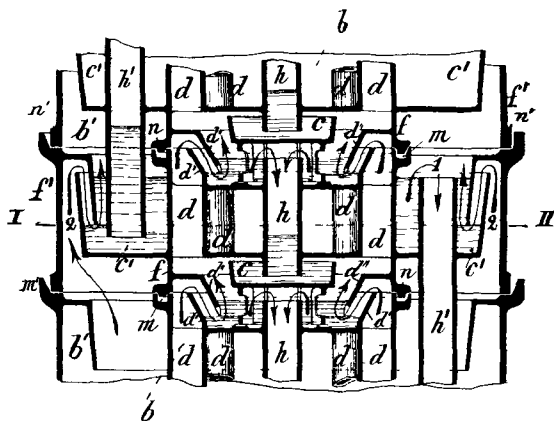


Fig. 70

Schnitt I-II.

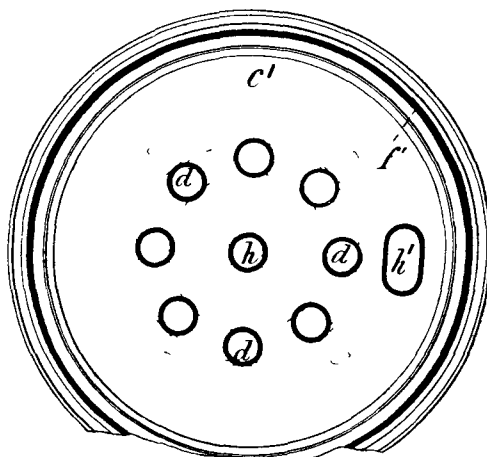


Fig. 71



Fig. 72.

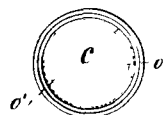


Fig. 73.

Pfeile hindurch und erhitzt sich dabei immer mehr durch die Berührung mit den inneren Rohrstützen, in deren Innern ein Gemisch von Dampf und Gas (Destillationsproducte der Colonne *A*) kreist. In dem Maasse, wie die Temperatur in der äusseren Colonne *D* steigt, findet die Trennung der flüchtigen Ammoniaksalze statt: Kohlensäure und Schwefelwasserstoff werden frei und steigen in Richtung der

Pfeile 2 empor, wobei sie durch das nach und nach immer kältere Wasser hindurchgehen und sich in demselben waschen. Diese Gase entweichen schliesslich durch das Rohr *f*².

Das am unteren Ende der äusseren Colonne *D* ankommende Wasser enthält nur noch Ammoniak oder sehr ammoniakreiche Salze in Lösung. Es fliesst bei *g* aus und wird in den oberen Theil der Destillationscolonne *A* geleitet, von wo es allmählich durch die einzelnen Rohrstutzen fliesst, welche durch Tauchrohre *l* mit einander verbunden sind, um schliesslich bei *E* abgeleitet zu werden. In Berührung mit dem Heizdampf verlassen das Ammoniak und die flüchtigen Ammoniaksalze die Lösung und steigen gleichzeitig mit dem Dampf in der inneren Colonne *C*, den Weg der aufsteigenden Pfeile nehmend, empor, wo dieses Gemisch das in der äusseren Colonne *D* herabfliessende Wasser erhitzt. Nach und nach verflüssigt sich der Dampf, das Dampfwasser verbleibt in den einzelnen Rohrstutzen, um durch die Tauchrohre *h* und *l* wieder nach der Destillationscolonne geleitet zu werden, wo es durch *E* mit abfliesst. Das Ammoniak mit den sehr ammoniakreichen Salzen wird vollständig frei und entweicht durch im oberen Theil von *C* angebrachte Rohrstutzen.

Will man die Destillation bei niedriger Temperatur bewirken, so kann man, da zwischen den beiden Columnen *C* und *D* keinerlei Verbindung besteht, den Druck in der äusseren Colonne *D* und folglich den Siedepunkt der zu destillirenden Flüssigkeit herabsetzen.

Ordnet man mehrere der vorstehenden Colonnen über einander an, so erhält man ähnliche Resultate wie bei den im Zuckerfach bekannten Etagenverdampfapparaten; jedoch ist die Wirkung hier noch grösser in Folge der Stetigkeit und Gleichmässigkeit des Stoffaustausches in jeder einzelnen Colonne.

Ammoniakgewinnung aus Abwasser u. dgl. Nach A. Mylius (D.R.P. No. 66465) wird das mit Kalkmilch in bekannter Weise geklärte Abwasser durch das Rohr *m* (Fig. 74) einem rinnenartigen Behälter *A* zugeführt, der sich in einem allseitig dicht abschliessbaren grossen Kasten *K* befindet. Dieser kann durch ein seitliches Rohr luftleer gepumpt werden. Die Höhe des Wasserstandes in dem Behälter ist durch ein Wasserstandsglas festzustellen. Der Zufluss des Abwassers wird durch ein Abschlussorgan des Zuflussrohres so geregelt, dass ein Überfließen des rinnenartigen Behälters nicht eintritt. Mit

dem Behälter A sind schmale, rinnenartige Behälter a verbunden, in denen das Abwasser gleich hoch steht. In diese Behälter sind Tücher l derart eingehängt, dass sie mit ihren kurzen Enden bis etwa zum Boden der rinnenartigen Behälter a reichen, während die langen Enden bis nahe zum Boden des Kastens K führen. Das Abwasser steigt durch Capillarwirkung aus den rinnenartigen Behältern a in die Tücher l empor und rieselt in denselben wieder nach unten, um in Tropfen abzufliessen und sich am Boden des Kastens K zu sammeln, von wo es abgelassen oder durch Pumpen herausgebracht werden kann.

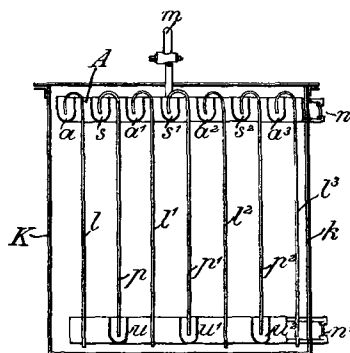


Fig. 74.

Auf der anderen Seite ist in dem Kasten K ein dem Behälter A ähnlicher Behälter angebracht, der zweckmässig aus Blei besteht und dem durch ein Rohr n verdünnte Schwefelsäure in regelbaren Mengen zugeführt wird. Diese vertheilt sich in den Zweigrinnen s , welche so angeordnet sind, dass sie zwischen die rinnenartigen, das Abwasser aufnehmen den Behälter a treten. Die verdünnte Schwefelsäure wird in gleicher Weise durch Asbest- oder andere geeignete Tücher p aus den Rinnen s aufgesogen und tropfenweise wieder an untere Bleirinnen u abgegeben, die in eine Sammelrinne U führen, aus der die Schwefelsäure durch ein mit Hahn versehenes Rohr abgelassen oder abgesaugt werden kann. In Folge der hohen Luftleere im Kasten K , der grossen Oberfläche der Tücher l füllt sich der Kasten K sehr rasch mit derjenigen Menge Wasser- und Ammoniakdampf des Abwassers, welche dem im Kasten herrschenden Druck entspricht. Die an den Tüchern l herabrieselnde verdünnte Schwefelsäure bindet das mit den Tüchern in Berührung tretende Ammoniakgas.

Zur Herstellung von Potasche und Soda macht Kranz (D.R.P. No. 65 784) folgenden Vorschlag:

Man stellt zur Einleitung des folgenden chemischen Processes $6 \text{KF} + \text{SiO}_2 + 4 \text{CO}_2 + 2 \text{H}_2\text{O} = \text{K}_2\text{SiF}_6 + 4 \text{KHCO}_3$ etwa 30 proc. Lösungen

von Fluorkalium, die ausserdem 5 Proc. doppelt-kohlensaures Kalium enthalten, mit gallertiger Kieselsäure an in einer Runde gleichgebauter gusseiserner Cylinder. Die Cylinderdeckel und -Böden bestehen aus einem durch radiale Rippen verstärkten Stück, während die Mäntel aus mehreren Segmenten durch Flanschen, Schraubenbolzen und Rostkitt zusammengestellt sind (Fig. 75). Jeder Cylinder ist mit Rührvorrichtung ausgestattet; diese besteht aus Welle *W*, zwei entgegengesetzt wirkenden Schrauben und einer Stabschicht, welche stückweise am Mantel festgeschraubt ist.

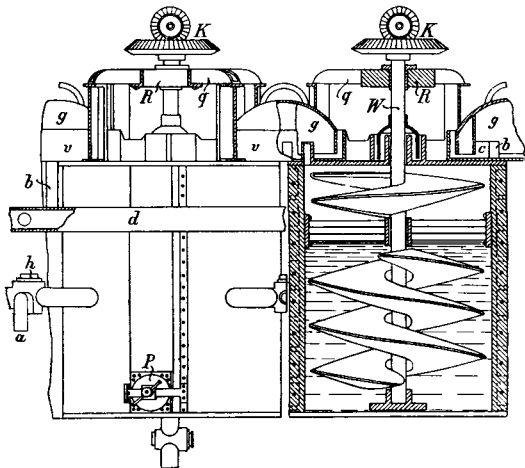


Fig. 75.

Die Welle ist zur Aufnahme der segmentweise befestigten Schrauben vierkantig, sonst abgerundet. Für ihre Führung dienen an dem Deckelrand festgeschraubte Böcke und vier Querstangen *q*, welche den Ring *R* halten; sie ruht in einem Lager und ihr Durchgang durch den Deckel ist mit Wasserverschluss versehen. Die Rührvorrichtung wird mittels der Kammräder *K* von einem in der Rundenmitte befindlichen Rad in Bewegung gesetzt, welches mit der Welle *W* durch ein verschiebbares Kammrad ausschaltbare Verbindung hat. Ausserdem besitzt jeder Cylinder zwei im Deckel sitzende Rohre für den Gasverkehr, in der Cylindermitelhöhe zwei versiebt Rohrausmündungen der Rohre für den Flüssigkeitsverkehr, am Boden ein Entleerungsrohr, und schliesslich einen am Cylindermantel senkrecht absteigenden Kasten für den Verkehr der festen Bestandtheile der Beschickung. Dieser Kasten hat eine obere Beschickungsöffnung und eine mittels Bleiplatte *p*, Bügels und Schraube verschliessbare Entleerungsöffnung. Sein Raum, mit dem Cylinderraum letzter Öffnung gegenüber durch einen entsprechenden Ausschnitt im Cylindermantel verbunden, hat durch diese Anordnung bei gewöhnlicher Füllung des Cylinders gegen jenen Wasserverschluss. Die Rohre für den Flüssigkeitsverkehr eines Cylinders haben zu je einem mit den zugekehrten gleichen Rohren nachbarlichen Cylinder der Runde eine durch Hähne *h* absperrbare Verbindung, desgleichen eine solche mit einem Abflussrohr *a*. Unter dem Wasserverschluss *v* können mittels der Glocke *g* die Rohre für den Gasverkehr mit denen der Nachbarcylinder in Verbindung

treten. Die Vierfächerung der Glocke *g* ermöglicht ausserdem durch Wechsel ihrer Lagerung sowohl ausschliesslichen, mit einem Abzweigungsrohr *b* herstellbaren Gasverkehr als auch die Sperrung jeglichen Gasverkehrs eines Cylinders. Jeder Wasserverschlusskasten besitzt für die je zwei nachbarlichen Abzweigungs- und Cylindergasrohre *b* und *c* Ausschnitte, in denen jene Rohre durch Gummiringe gedichtet werden. Die Abzweigungsrohre treten zu je einem zwischen zwei Cylinder von zwei Hauptrohren *d* heran, die, das eine längs einer inneren, das andere längs einer äusseren Tangente der Cylinderrunde verlaufen und so zwei Ringe bilden. Der innere Ring steht mittels eines Speiserohres mit einer Kohlensäurequelle (Kalkofen u. dergl.), der äussere mit einem Schornstein in Verbindung. Wenn die Glocke eines Wasserverschlusses je ein Abzweigungsrohr mit je einem Cylindergasrohr verbindet, die übrigen Glocken aber ihre Cylindergasrohre, so geht bei Wasserverschluss sämtlicher Cylinderöffnungen der Gasstrom von dem Speiserohr zum Schornstein durch die ganze Runde. Steht dabei aber nur eine Glocke auf Sperrstellung, so ist der ganze Gasstrom gesperrt und wird erst wieder, wenn man ein Cylindergasrohr mit dem nachbarlichen Abzweigungsrohr des äusseren Hauptrohres in Verbindung bringt, in entsprechendem Maasse frei.

Es ist zweckmässig, die Beschickung einer Cylinderreihe so einzuleiten, dass das Massenverhältniss der Kieselsäure und des doppeltkohlensauren Kaliums zum Fluorkaliumgehalt der Lösungen vom einen bis zum anderen Ende der Reihe hin allmählich bis zu einem starken Überschuss unter Wahrung der gleichmässigen Füllung ($\frac{3}{4}$) der Cylinder wächst. In eine solche „Aufsaugungsreihe“ führt man, abwechselnd zwei Runden benutzend, mittels des betreffenden Speiserohres durch den reichlich Fluorkalium enthaltenden Cylinder systematisch bis zur Sättigung, nach Absperrung der übrigen Cylinder und unter Emporwühlung der Beschickung durch die Rührvorrichtung, Kohlensäure ein. Nach jeder Sättigung und Abklärung der Aufsaugungsreihen wandern die Lösungen um einen Cylinder weiter, zweckmässig mit Hilfe eines um die Runde fahrbaren, senk- und hebbaren Holzbottichs als Überträger. Zur Aufnahme der Lösung des letzten Reihencylinders wird, wenn sie noch erhebliche Spuren von Fluorkalium enthält, der mit Kieselsäure kaum zur Hälfte gefüllte nächste Runden-cylinder in die Aufsaugungsreihe eingeschaltet, anderenfalls ein Destillirkessel behufs Eindampfung ersehen. Enthält der ausgewaschene Niederschlag des ersten Aufsaugungsreihencylinders keine wesentlichen Spuren von Kieselsäure, so wird der Niederschlag innerhalb der Runde einer systematischen Auswaschung unterzogen, die beim weiteren Vorrücken der Aufsaugungsreihe auch ihrerseits eine grössere Auswaschungsreihe umfasst. Durch letztere wird stets erst die zugeführte Kohlensäure geleitet, bevor sie die Aufsaugungsreihe erreicht. Die Auswaschungsflüssigkeit wird vor ihrem Eintritt in die letztere Reihe mit Fluorkalium angereichert. Nach der Auswaschung besteht der Niederschlag aus Kieselfluorkalium und wird durch das Entleerungsrohr bez. die Entleerungsöffnung des Be-

schickungskastens entleert. Anfangs der Eindampfung entweicht aus der Destillirkessellösung Kohlensäure, die nach Niederschlagung des Wasserdampfes dem Speiserohr zugeführt wird; die abgeschiedene Masse aus dieser Lösung besteht aus Potasche.

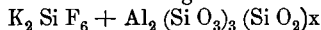
Diese Cylienderrunde ist nicht wesentlich für das Verfahren, sichert aber eine leichte Controle des Processes. Wo nicht ausdrücklich eine andere Temperatur angegeben ist, genügt gewöhnliche. Stärkere als 30 proc. Lösungen von Fluorkalium sind nicht erwünscht, da sich die Löslichkeit des kohlensauren Kaliums, des Kohlensäureträgers, darin vermindert. Eine Regelung der Kieselsäurezufuhr ist durch die systematische Erschöpfung in der Runde gesichert. Nach Analysen geht die Umsetzung des Fluorkaliums durch die Kieselsäuregallerte und Kohlensäure bei guter Rührarbeit glatt und vollständig von statten.

Das Verfahren soll sich ziemlich ebenso vorthellhaft zur Darstellung von Soda aus Fluornatrium anwenden lassen. Der Gang des Verfahrens ist dabei im Wesentlichen derselbe, wie bei der Darstellung von Potasche; hierbei muss die Hauptmasse des Fluornatriums zu einem Viertelgewichtstheil der Beschickung erst in den dritt- oder viertletzten Cylinder der ohnehin längeren Aufsaugungsreihe in feinpulverigem Zustande eingeschwemmt werden, während die voraufstehenden Reihencylinder mit Fluornatrium gesättigte, ausserdem zu 5 Proc. Natriumbicarbonat enthaltende Lösungen unter Benutzung der Auswaschungsflüssigkeiten aufzunehmen haben.

Bequemer ist das Verfahren auf Darstellung von schwefligsaurem Natrium anwendbar:
 $6 \text{ Na F} + \text{Si O}_2 + 2 \text{ SO}_2 = \text{Na}_2 \text{ Si F}_6 + 2 \text{ Na}_2 \text{ SO}_3$.
Hierbei leitet man den Aufsaugungsreihen die aus den Verbrennungsgasen des Pyrits o. dgl. entstammende und behufs Reinigung über ihre wässrigen Lösungen hin angesaugte Schwefligsäure zu, ohne indessen dem ersten Cylinderinhalt, wie es dem Potascheverfahren entsprechen würde, Natriumsulfit oder -bisulfit hinzuzusetzen. Sobald die nach Durchsättigung der Reihe aus dem letzten Cylinder entleerte Lösungsprobe auch nach längerer Arbeit des Rührwerks und Abstellung der Gaszuleitung die Fähigkeit behält, aus Soda Kohlensäure zu entwickeln, wird die Lösung durch eine der Aufsaugungsreihe sich anschliessende Gefässreihe geleitet, die ein Gemenge von 1 zu 4 Th. der Trockensubstanz von Kieselsäure und Fluornatrium enthält und damit zum vierten Theil gefüllt ist, bis sie sich arm an Natriumbisulfit erweist. Da weniger Rührarbeit erforderlich ist, Eisen auch der Schwefligsäure nicht widersteht, so sind hier Bleicylinder, und zwar wegen starker Erhitzung der Beschickung kleinere Cylinder am Platz.

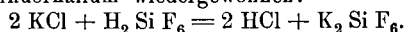
Das Verfahren ist auch für die Darstellung anderer Alkalisalze geeignet, aber industriell weniger wichtig; es sei nur noch erwähnt, dass durch Zuleiten von Chlor zu Flusspathschlamm neben Kieselfluorcalcium unterchlorigsaures bez. chloresäures Calcium entsteht und nach Ausfällung des Kieselfluorcalciums mittels Chlornatriums zur Darstellung von chloresäurem Kalium benutzt werden kann. Die bei dem Verfahren eintretenden

Verluste an Fluor und Silicium sind aus Flusspath, Kryolith o. dgl., bez. Silicaten, Sand und Feldspath zu ersetzen. Letzterer wird dadurch zugleich vorthellhaft aufgeschlossen, wenn man das dabei entstehende unlösliche Gemenge:



durch Wiederholung des Verfahrens an Kieselsäure erschöpft, behufs Lösung des Aluminiumhydrates nass mit Chlor oder mit Schwefligsäure behandelt und den unlöslichen Rückstand wie reines Kieselfluorkalium benutzt.

Dieses Salz wird auf dem Flammenherd eines Sodaofens bis zur Hochrothglut niedergeschmolzen, das entweichende Gas ($\text{K}_2 \text{ Si F}_6 = 2 \text{ KF} + \text{Si F}_4$) nach wirksamer Abkühlung in langer Rohrleitung durch Luftkühlung unter Aufrechterhaltung einer vorrückenden Aufsaugungs- und Auswaschungsreihe und Vermeidung jeder stärkeren Erhitzung durch ein weites Röhrensystem zu zwei Cylinderunden vorbeschriebener Art wechselweise geleitet. Die Cylindertheile sind durch Bleibeleugung oder durch Anbeizen des Eisens mit conc. Salpetersäure vor Abnutzung zu schützen. Die Aufsaugungsflüssigkeit besteht in Wasser oder Auswaschungsflüssigkeit einschlägiger Art und wandert dem Gasstrom entgegen, von Cylinder zu Cylinder, die nur bis zur halben Füllung mit Niederschlag ($3 \text{ Si F}_4 + 2 \text{ H}_2 \text{ O} = 2 \text{ H}_2 \text{ Si F}_6 + \text{Si O}_2$), gallertiger Kieselsäure, im Gasstrom bleiben. Mittels der in der Aufsaugungsreihe entstandenen Kieselfluorwasserstoffsäure wird nach bekannter Methode Kieselfluorkalium wiedergewonnen:



Aus der Schmelze zieht man mit Wasser Fluorkalium aus, den unlöslichen Rückstand von Kieselfluorkalium unterwirft man einer neuen Schmelzung.

Mit Kieselfluornatrium wird ebenso verfahren. Die Schmelze ist jedoch fein zu pulvern und so statt Fluornatrium zur Cylinderbeschickung zu verwenden, welcher dem Fluornatrium entsprechend Kieselsäure beizugeben ist. Die verdünnte, durch Zersetzung der Chloride mit Kieselfluorwasserstoffsäure entstehende Salzsäure ist wiederholt zur Zersetzung der Schmelzgase zu verwerthen, bis ihre Concentration zur Chlordarstellung ausreicht.

Farbstoffe.

Neue Base durch Condensation von Tolidin mit Formaldehyd von Durand, Huguenin & Cp. (D.R.P. No. 66737).

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung einer neuen Base durch Condensation von Tolidin mit Formaldehyd, indem man eine Formaldehydlösung auf mit Alkohol angeriebenes Tolidin und basisches salzsaures Tolidin einwirken lässt und auf Wasserbadtemperatur erhitzt.

Trioxiazobenzol-m- und -p-carbonsäure der Gesellschaft für chemische Industrie (D.R.P. No. 66975).

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von Trioxiazobenzol-p-carbonsäure und Trioxiazobenzol-m-carbonsäure, darin bestehend, dass Pyrogallol in saurer, stark abgekühlter Auflösung mit

p-Diazobenzoësäure oder m-Diazobenzoësäure in Reaction gebracht wird.

Dioxynaphtoëmonosulfosäure derselben Gesellschaft (D.R.P. No. 67000).

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung einer Dioxynaphtoëmonosulfosäure bez. deren Alkalisalze, darin bestehend, dass die β -Oxynaphtoëdisulfosäure, welche durch Sulfurung der β -Naphtolcarbonsäure vom Schmelzpunkt 216° erhalten wird, mit Ätzalkalien mit oder ohne Druck bei Temperaturen von 180 bis 270° erhitzt wird.

Darstellung von o-Tolylrosindulin von Kalle & Cp. (D.R.P. No. 67115).

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von o-Tolylrosindulin durch Erhitzen von Phenylrosindulin mit o-Toluidin.

Patentanmeldungen.

Klasse:

(R. A. 2. Febr. 1893.)

8. K. 9928. Neuerung bei der Anwendung des **Chromfluorids** und der basischen Chromfluoride in der Färberei und Zeugdruckerei. (Zus. z. Pat. No. 44 493.) — Rudolf Koepf & Co. in Östlich. 1. Aug. 1892.
- St. 3306. Apparat zum **Färhen**, Waschen u. s. w. von Garnen in aufgewickelter Zustand. — H. Stommel in Elberfeld. 22. Aug. 1892.
12. H. 12 029. Verfahren zur Darstellung von reinem **Isoengenol**. — F. von Heyden Nachf. in Radebeul. 16. Mai 1891.
22. Sch. 8365. Verfahren zur Darstellung eines blaufärbenden **Farbstoffes** aus molybdänsaurem Ammoniak und Phosphorsäure. — F. W. Schmidt in München. 28. April 1892.
28. R. 7463. **Gerben** mit Eisenoxychlorid-Chlornatrium. — P. F. Reinsch in Erlangen. 28. Juli 1892.
32. H. 11 961. Verfahren zur Herstellung von **Hohlgläsern**. — H. Hilde in Rosswein in S. 15. Febr. 1892.
42. K. 10 018. Verfahren und Vorrichtung zur Regelung der **Temperatur** eines durch eine Flamme zu beheizenden Körpers. — H. Kramer in Potsdam. 30. Aug. 1892.
62. L. 7678. Verfahren und Apparat zur Herstellung von gekörntem **Salz**. — A. L. Lawton in Rochester und S. Dodge in Washington. 23. Mai 1892.

(R. A. 6. Febr. 1893.)

12. F. 5822. Neuerung in dem Verfahren zur Darstellung von **Salicylsäureacetylamidophenylester**. (Zus. z. Pat. No. 62 533.) — Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co. in Elberfeld. 21. Jan. 1892.
- F. 6434. Verfahren zur Darstellung von **Jodosobenzoësäure**. (Zus. z. Patentanm. F. 6205.) Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning in Höchst a. M. 10. Dec. 1892.
- H. 12 847. Verfahren zur Darstellung von β -Cymidin aus den Oximen von **Campherarten** der Formel $C_{10}H_{16}O$, welche Methylketone sind. — Haarmann & Reimer in Holzminden. 8. Nov. 1892.
- M. 9312. Darstellung der Acetyl- bez. Propionylverbindungen der p-Oxyphenylurethane oder deren Äther. — E. Merck in Darmstadt. 11. Nov. 1892.
32. D. 5406. Verfahren, an Chromographien unter **Glas** die Reflexstellen schimmernd zu machen. — P. Dierig in Nürnberg. 19. Oct. 1892.
- F. 6360. **Glasschmelzwanne** mit Luftheritzungskanälen auf dem Wannenboden. — G. Fiege in Stralau. 8. Nov. 1892.
58. D. 5231. Verfahren und Apparat zur Conservirung von **Hülsenfrüchten**. — G. Dupont-Dennis in Nantes. 31. Mai 1892.
- G. 7334. Verfahren zur Aufbewahrung und Haltbarmachung von **Fischfleisch**. — E. Gräfe in Altona-Ottensen. 11. März 1892.
- K. 10 040. Vorrichtung zum Condensiren der während des Röstens von **Kaffee** abgesaugten Röstdämpfe und zur Abscheidung der beim Absaugen mitgerissenen

Kaffeehantchen. — Kathreiner's Malzkaffeeabriken, Wilhelm & Brougier in München. 7. Sept. 1892.

75. G. 7187. Verfahren zur Herstellung reiner **Salpetersäure**. — O. Gnttmann in London und L. Rohrmann in Krauschwitz. 23. Dec. 1891.
- K. 8645. Apparat zur Concentration von **Schwefelsäure**. — L. Kessler in Clermont-Ferrand. 24. April 1891.
- L. 7592. Verfahren zur Darstellung von **Cyanalkalien** bez. Erdalkalien. (Zus. z. Pat. No. 63 722.) — P. R. de Lambilly in Nantes. 5. Sept. 1892.

(R. A. 9. Febr. 1893.)

8. G. 7315. Vorrichtung zum **Beizen**, **Färben** und Spülen von Strähnengarn. — O. Graf in Kottbus und F. Geissler in Kottbus. 5. Sept. 1892.
10. K. 10 108. Einrichtung zum Verladen von **Kohlen** und anderen zerbrechlichen Materialien. — H. Küpper in Herne i. W. 5. Oct. 1892.
- L. 7738. Einrichtung zum Beschieken von **Koksöfen** und zum Comprimiren der Kohle. — W. Leicht in Witkowitz. 23. Nov. 1892.
12. F. 6335. Verfahren zur Darstellung von nitrirten **Eugenyl-** und i-Eugenylphenyläthern. — Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning in Höchst a. M. 31. Oct. 1892.
22. B. 13 464. Verfahren zur Darstellung einer α -**Naphtylamindsulfosäure** aus Acet- α -naphtalid oder α - α -Acet-naphtalidsulfosäure. — Badische Anilin- und Sodafabrik in Ludwigshafen a. Rh. 8. Juli 1892.
- E. 3529. Verfahren zur Darstellung von Farbstoffen aus **Cinchonidin** und alkylirtem Amidobenzhydrol. — A. Einhorn in München. 4. Juli 1892.
- F. 6299. Verfahren zur Darstellung der m-Diamidodiphensäure und der Diphenylindiacarbonsäure aus m-**Nitrobenzaldehyd**. — Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning in Höchst a. M. 13. Oct. 1892.
- K. 7931. Verfahren zur Herstellung von neuen, Wolle schwarz oder rothbraun färbenden **Farbstoffen**. — Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning in Höchst a. Main. 11. Juni 1890.
- O. 1631. Verfahren zur Darstellung von Amidophenol- und **Amidokresolsulfosäure**. — K. Oehler in Offenbach a. M. 24. Dec. 1891.
75. C. 3981. Apparat zur **Elektrolyse** wässriger Kochsalzlösungen. — E. B. Cutten in New-York. 15. Jan. 1892.
- M. 9450. Verfahren zur Reinigung des bei der Darstellung von **Kalisalpeter** gebildeten Chlornatriums. — Mercklin & Lösekann in Hannover. 31. Dec. 1892.
80. C. 4291. Verfahren zur Herstellung von **Dinaststeinen**. — Firma „Chemisches Laboratorium für Thonindustrie“. H. Seger und E. Cramer in Berlin NW. 29. Sept. 1892.

(R. A. 13. Febr. 1893.)

8. B. 13 496. Verfahren zum **Bleichen** von Baumwollgarnen in Kätzern oder Spulen. — F. Breinl und H. Karrer in Reichenberg i. Böhmen. 16. Juli 1892.
- G. 7799. Kessel zur Behandlung von Textilfasern, Garnen, Geweben u. s. w. mit Flüssigkeiten zwecks Bleichens, **Färbens**, Reinigens und dergl. — F. Gebauer in Charlottenburg. 5. Nov. 1892.
12. H. 12 846. Verfahren zur Darstellung von **Monocarbonensäuren**, welche nach der Formel $C_6H_4O_2$ zusammengesetzt sind, von Dicarbonsäuren, welche der Formel $C_6H_4O_4$ entsprechen, sowie von Anhydriden der letzteren aus Kampherarten. — Haarmann & Reimer in Holzminden. 8. Nov. 1892.
22. C. 3555. Verfahren zur Darstellung von **Azofarbstoffen** aus Amidonaphtolsulfosäure. (2. Zus. z. P. 55 024.) — Leopold Cassella & Co. in Frankfurt a. M. 27. Dec. 1890.
- D. 5494. Verfahren zur Darstellung eines basischen Farbstoffes aus **Gallocyanin**. L. Durand, Huguenin & Cie. in Hüniguen. 15. Dec. 1892.
- L. 7312. Verfahren zur Darstellung blauer basischer **Farbstoffe** aus Nitrosodialkyl-m-amido-p-kresol und Diaminen der Benzolreihe. — A. Leonhardt & Co. in Muhlheim i. H. 24. März 1892.
40. S. 6802. Röstung von **Zinkblende**. — J. Sachse in Berlin NW., E. Richter in Berlin NW. 23. Aug. 1892.
42. K. 10 248. Apparat zur unmittelbaren Angabe des Gewichtes und der Volumina von **Gasen**. — Fr. Krupp in Essen. 6. Dec. 1892.
80. B. 13 919. Anwendung mittels auf chemischem Wege erzeugter Metall- und **Erdalkalisilicate** oder -borsilicate zur Herstellung von Thon- und Glasgegenständen. (Zus. z. P. 66 065.) — J. Bittel in Colln-Elbe. 7. Nov. 1892.