

cerin und 1,1 Vol. Wasser gemischt, so entsteht eine Flüssigkeit, die ein spec. Gewicht von 1,175 besitzt und bei 110 bis 111° siedet. Man erzielt hiermit im doppeltwandigen Trockenschranke eine constante Temperatur von 106°.

Seit mehr als einem halben Jahre habe ich einen mit Glycerinmischung gefüllten kupfernen Trockenschrank im Gebrauche und bisher noch keine Veränderung des Glycerins beobachtet. Reparaturen, welche früher, als gesättigte Kochsalzlösung zur Füllung benutzt wurde, häufig vorgenommen werden mussten, sind seither nicht wieder nöthig gewesen.

Laboratorium für analytische und technische Chemie der Herzogl. techn. Hochschule zu Braunschweig.

Brennstoffe, Feuerungen.

Die Vorrichtung zur Verhütung der Selbstentzündung von Kohlen in Schiffsräumen und Lagern von M. Balcke (D.R.P. No. 67 583) ist dadurch gekennzeichnet, dass Luftabsaugerohre, die mit einem Sauggebläse verbunden und mit Saugöffnungen versehen sind, durch Bleche o. dgl. überdacht sind, so dass ein kohlenfreier Absaugeraum um die Rohre bleibt.

Liegender Koksofen von Th. Bauer (D.R.P. No. 67 275) ist gekennzeichnet durch einen zwischen je zwei Verbrennungsräumen zweier Öfen angeordneten Mittelraum, welcher seitlich die zur Vorwärmung dienenden Vorwege für die Gase und in der Mitte die Endwege der durch die Verbrennungsgase vorgewärmten Verbrennungsluft enthält.

Kanalanordnung behufs Vorwärmung der Verbrennungsluft von Koksöfen durch deren Abgase nach E. Festner und G. Hoffmann (D.R.P. No. 67 395) wurde bereits beschrieben (Fischer's Jahrb. 1892, 18).

Koksverladevorrichtung von R. de Soldenhof (D.R.P. No. 67 794) und F. J. Collin (D.R.P. No. 67 905).

Zur Herstellung von Presskohlen empfiehlt H. Zippert (D.R.P. No. 67 890) die Verwendung von Weinheferückständen, Kühlschleim, Schlempe u. dgl. Abfälle der Brauereien und Brennereien als Bindemittel für Kohlenschlamm.

Presskohlen. G. Hüttemann und G. Spiecker (D.R.P. No. 68 284) empfehlen als Bindemittel Harzpech, welches beim Destilliren von Harzen bei etwa 260 bis 300° zurückbleibt. Dieses Harzpech mischt man in flüssigem oder in erstarrtem, trockenem Zustande (in letzterem Falle vortheilhaft mit Hülfe einer Schleudermühle) innig mit dem zu verarbeitenden Gruse. Die Mischung wird nach dem durch Dampf zu bewirkenden Erwärmen unter starkem Druck gepresst. Ein Zusatz von 5 bis 6 Proc. von dem beschriebenen Harzpech zu dem zu verarbeitenden Gruse ist im Allgemeinen ausreichend.

Hüttenwesen.

Doppelpuddelofen mit Gasfeuerung von A. Mühle (D.R.P. No. 67 571) ist so eingerichtet, dass jeder der beiden Herde mit der abgehenden Wärme des anderen Herdes geheizt werden kann. Während in der einen Periode der eine Herd direct mit Gas geheizt wird, wird der andere Herd durch die vom ersten Herde entströmenden Flammen und Verbrennungsproducte geheizt; in der nächsten Periode aber wird der zweite Herd direct mit Gas, der erste aber durch die vom zweiten Herde entströmenden Flammen und Verbrennungsproducte geheizt. In dieser Weise wird der Puddelofen ohne Unterbrechung weiter benutzt. Die Richtung der abziehenden Flammen und Verbrennungsproducte wird bei jeder Arbeitsperiode umgekehrt. Der Puddelofen besteht aus zwei cylindrischen Schmelzräumen, die durch einen schrägen bez. tangential zu ihnen angeordneten Kanal mit einander verbunden sind, während jeder Schmelzraum mit einem durch einen Schieber absperrbaren Abzugskanal (Fuchs) versehen ist.

Die beiden Schmelzräume A und A^1 (Fig. 119 bis 122) sind vorzugsweise von cylindrischen Seitenwänden B und B^1 umschlossen und oben durch Deckgewölbe C und C^1 begrenzt. Die Herde M und M^1 sind in üblicher Weise hergestellt und werden von Säulen m getragen. Die beiden Schmelzräume sind durch einen schrägen tangentialen Kanal D mit einander verbunden, letzterer liegt in einiger Entfernung unter den Deckgewölben, nahe über den Herden. Die Abzugskanäle E und E^1 liegen nahe dem Verbindungskanal D und in derselben oder nahezu in derselben Horizontalebene mit letzterem. Diese Kanäle E und E^1 gehen in horizontaler Richtung nach aussen und münden in die senkrecht nach unten gehenden Kanäle F und F^1 ein, die wiederum mit dem horizontalen Kanal J in Verbindung

stehen. Letzterer führt zu dem Kanal *K*, der mit dem Lufterhitzer *W* in Verbindung steht, der in Fig. 122 durch punktirte Linien angedeutet ist und unter dem Fuss-

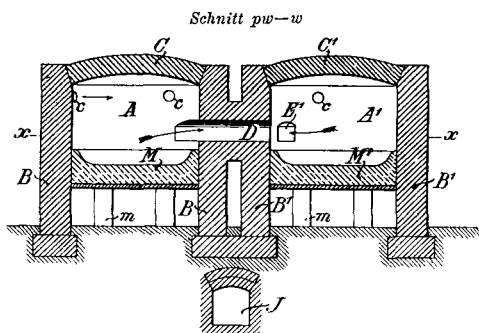


Fig. 119.

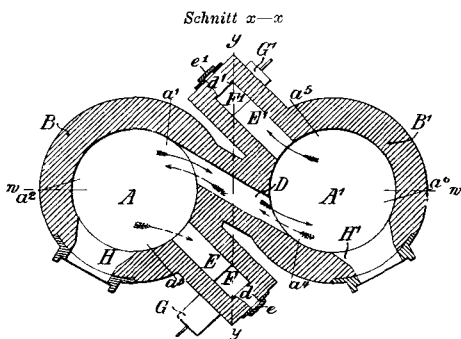


Fig. 120.

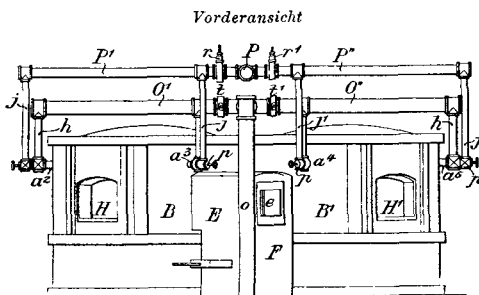


Fig. 121.

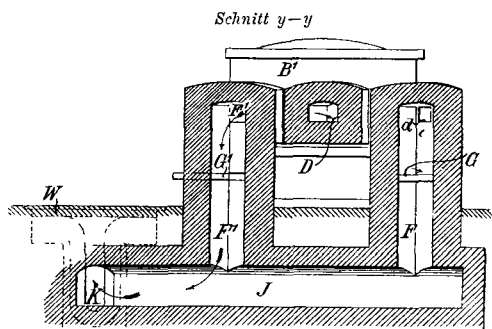


Fig. 122.

boden des Arbeitsraumes steht. Die Kanäle *F* und *F'* sind mit dicht schliessenden Schiebern *G* und *G'* aus feuerfestem Material versehen. Die Enden der Kanäle *E* und *E'*

sind mit Öffnungen *d* und *d'* versehen, welche durchdicht schliessende Thüren oder Klappen *e* und *e'* geschlossen sind. Die Öffnungen *d* und *d'* gestatten den Einblick in die Schmelzräume und die Reinigung der Kanäle *E* und *E'*. Die Schmelzräume *A* und *A'* besitzen Arbeitsöffnungen *H* und *H'* von üblicher Form, die durch passende Thüren verschliessbar sind. Die Arbeitsöffnung *H'* ist so angeordnet, dass sie nöthigenfalls die Reinigung des Kanals *D* gestattet.

Durch die cylindrische Gestalt der Schmelzräume und durch den schrägen Verbindungskanal *D* sowohl wie durch die Abzugskanäle *E* und *E'* werden die aus dem Schmelzraum *A* entströmenden Flammen und Verbrennungsproducte veranlasst, einen kreisförmigen Weg durch den Schmelzraum *A'* zu nehmen, ehe sie in den Abzugskanal *E'* gelangen. Hierdurch sollen sie veranlasst werden, längere Zeit in *A'* zu bleiben und daher ihre Wärme besser abzugeben. Die Löcher *c* für die Brenner münden in schräger Richtung in die Schmelzräume ein, und zwar in geringer Entfernung unterhalb der Deckgewölbe. Die schräge Richtung der Brennerlöcher ist in Fig. 119 durch schräge Linien bei *a'* bis *a''* angedeutet. Sie sind am besten sämmtlich in derselben Horizontalebene angeordnet, in geringem Abstände über den Abzugskanälen. Die Brenner *a'* *a''* *a'''* sind in die Löcher *c* des Schmelzraumes *A* eingesetzt und die Brenner *a''* *a'''* *a''''* in die Löcher *c* des Schmelzraumes *A'*. Das Gas wird den Brennern zugeführt durch die Hauptleitung *P*, die Zweigrohre *P'* und *P''*, welche mit Ventilen *r* und *r'* versehen sind, und die Rohre *j*, welche in die Brenner einmünden. Den Brennern wird ausserdem heisse Luft zugeführt von dem Lufterhitzer *W* durch die Hauptleitung *O*, die Zweigrohre *O'* und *O''*, die mit Ventilen *t* und *t'* versehen sind, und durch die Rohre *h*. Die Brenner sind mit Ventilen *p* versehen, durch welche das Mischungsverhältniss zwischen Gas und Luft geregelt werden kann; jedoch können anstatt der Ventile *p* auch Ventile in den Rohren *h* und *j* eingesetzt sein.

Beim Betrieb des Ofens wird, nachdem beide Herde mit dem zu puddelnden Metall beschickt sind, zunächst der Schmelzraum *A* erhitzt, und zwar durch directes Beheizen mit Gas durch die Brenner *a'* *a''* *a'''*. Das Gas und die heisse Luft werden den Brennern unter Druck zugeführt und das Gemisch angezündet. Die Flammen strömen dann in geraden Linien ein, bis sie quer auf die Flamme des nächsten Brenners stossen. Hierdurch wird den Flammen und den Verbrennungsproducten eine Wirbelbewegung in

dem Schmelzraum über dem Metall auf dem Herd erteilt, in Folge dessen wiederum die Flammen nach unten gedrückt werden, ehe sie durch den Kanal *D* abziehen. Da der Abzugskanal *F* durch den Schieber *G* geschlossen ist, so können die Verbrennungsproducte nur durch den Kanal *D* in den Schmelzraum *A*¹ abziehen, welcher die zweite Charge enthält. Die abziehenden Verbrennungsproducte streichen an der cylindrischen Wandung des Raumes *A*¹ entlang und sind genügend heiss, um das darin befindliche Metall auf eine hohe Temperatur zu erhitzen, ohne dass eine directe Erhitzung durch die Brenner *a*⁴ *a*⁵ *a*⁶ stattfindet. Die abziehenden Verbrennungsproducte strömen schliesslich durch die Kanäle *E*¹ *F*¹ *J* und *K* zu dem Lufterhitzer *W*. Das Metall in *A*¹ ist nun hoch erhitzt und benöthigt nicht mehr viel Brennstoff, um zum Schmelzen gebracht zu werden. Während dies geschieht durch die Brenner *a*⁴ *a*⁵ *a*⁶, wird die dritte Beschickung in den Raum *A* eingebracht, wo sie durch die heissen Wände von *A* und die aus *A*¹ durch Kanal *D* einströmenden Verbrennungsproducte schnell erhitzt wird. Die aus *A*¹ kommenden Verbrennungsproducte durchkreisen den Raum *A* und ziehen durch die Kanäle *E* *F* *J* und *K* zum Lufterhitzer *W*.

Apparate.

Säurefester Belag aus Glasplatten nach C. Kellner (D.R.P. No. 68168). Wenn nach Pat. 56973 (Z. 1891, 381) das Eisen mit dem Gemisch von Cement, kieselsaurer Thonerde und Wasserglas belegt ist, bringt man Bleiplatten in das zu schützende Gefäss, welche man je nach ihrer Stärke entweder übereinander falzt oder aneinander löthet, so dass ein dichter Bleimantel gebildet wird, der die säurefeste Masse vollständig und an allen Punkten bedeckt. Man presst dann diesen Bleimantel fest an die säurefeste Masse an und bringt darauf eine neuerliche Schicht der Mischung von Cement, kieselsaurer Thonerde und Wasserglas oder von Glasmehl, Quarzpulver und Wasserglas, auf diese Schicht bringt man dann erst den Glasbelag mittels des beschriebenen Zwischenlagkittes an.

Gegen mechanische und chemische Einflüsse widerstandsfähige Behälter von O. A. Engels und F. Nickel (D.R.P. No. 67802) bestehen aus metallener Kernplatte mit beiderseitigen Überzügen. Wenngeleich die chemische Widerstandsfähigkeit des Überzugs unverändert dieselbe bleibt, so ist doch seine mechanische Wider-

standskraft, welche eben erst durch die Verbindung mit der Kernplatte herbeigeführt wird, bei der Anwendung einfacher Erhöhungen eine weit geringere, als wenn Erhöhungen mit Widerhaken angewendet werden. In diesem Fall halten die Widerhaken den Überzug bez. die Überzüge zwischen sich und der Grundplatte derart fest, dass die Verbindung praktisch eine unlösliche und unzerstörbare ist, so dass in dieser Art gefertigte Apparate und Behälter u. s. w. als unverwüsthch bezeichnet werden können.

Dieses System ist von Werth für die chemische Technik, in welcher man zum Kochen, Aufbewahren und Leiten einer grossen Anzahl von Flüssigkeiten bekanntlich keine metallenen Behälter verwenden darf. Man hat zwar für solche Zwecke Behälter aus anderem Stoff hergestellt, welche aber stets von nur geringer Widerstandsfähigkeit bei unverhältnissmässig starken Wandungen und schwerem Gewicht

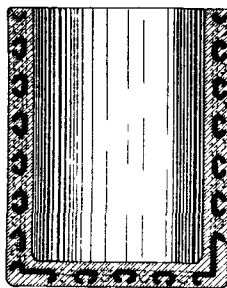


Fig. 123.

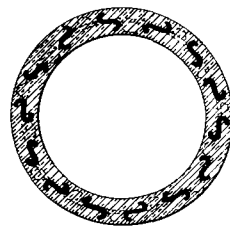


Fig. 124.

waren. Nunmehr kann man aber auch Metall in solchen Fällen verwenden, da dieses durch den beiderseitigen Überzug gegen chemische Einflüsse mit Sicherheit geschützt ist und den Überzug selbst wieder gegen mechanische Einflüsse schützt, so dass durch die Vereinigung der Eigenschaften beider Theile der hohe Effect des Verfahrens herbeigeführt wird.

In Fig. 123 ist ein Schnitt durch einen Behälter gezeigt und in Fig. 124 ein Schnitt durch einen zweiten Behälter, wobei in beiden Figuren der Deutlichkeit halber sowohl die Kernplatten, als auch die Überzüge etwas stärker dargestellt sind, wie sie bei der praktischen Ausführung Verwendung finden. In Fig. 123 ist die Kernplatte nur nach der einen Seite mit Erhöhungen versehen, wobei diese Erhöhungen durchlocht sind, damit beide Seiten des Überzuges in Verbindung stehen. Die durch das Durchschlagen der Erhöhungen gebildeten Zacken sind dann zurückgebogen, wodurch Widerhaken gebildet werden. Bei der in Fig. 124 gezeigten Ausführungsform ist die Kernplatte

nach beiden Seiten mit durchschlagenen Erhöhungen versehen, so dass auch beide Seiten Widerhaken besitzen.

Zur Verhütung des Springens von Einschmelzröhren bringt man nach C. Ullmann (D.R.P. No. 68536) in eine Mannesmann'sche Röhre eine bestimmte Menge Äther, Benzin oder sonst eine passend gewählte Flüssigkeit (Wasser zersetzt bei hoher Temperatur Silicate, greift also auch Glas stark an), alsdann die mit dem Reactionsmaterial wie gewöhnlich gefüllte und zugeschmolzene Glasröhre, verschraubt das Stahlrohr mit Hilfe von Schraubstock und Schraubenschlüssel und erhitzt wie gewöhnlich.

Man wählte Glasröhren mit dünner Wand oder von geringer Qualität, bei welchen bei starkem Druck mit Sicherheit Explosion zu erwarten war. Zu Versuch und Gegenversuch benutzte man stets dasselbe Stück Glasrohr, welches man in der Mitte aus einander zog. Das Füllen geschah gleichmässig. Diejenige Glasröhre, welche für die weniger sicher zugeschmolzene gehalten wurde, kam zum Versuch im Stahlrohr zur Verwendung. Im Übrigen fand die Erhitzung gleichzeitig unter möglichst gleichen Umständen statt.

1. Dünnwandiges Kühlrohr, $\frac{1}{3}$ mit Äther gefüllt

A	B
explodirte bei 190 bis 192° zu Pulver	ausssen 70 cc Äther auf 222° erhitzt; bleibt ganz

3. Dünnwandiges Kühlrohr, ungefähr zur Hälfte mit je 20 cc Alkohol gefüllt

A	B
explodirt bei 219° zu Pulver	ausssen 70 bis 80 cc Alkohol; bei 239° noch ganz

mit negativen Eisenelektroden F versehen, welche über der Kochsalzschicht gelegen und mit dem negativen Pol der verwendeten Elektrizitätsquelle verbunden sind. Diese Elektroden F stehen senkrecht und sind von rechteckigen, unter sich vereinigten Platten gebildet. Das andere Fach B enthält die positiven Elektroden $G G'$, welche schräg angeordnet und mit dem positiven Pol verbunden sind. Sie bestehen aus einem beliebigen versilberten Metall, aus Blei oder aus versilbertem Glas; sie können auch aus Kohle hergestellt sein.

Das negative Fach A ist luftdicht verschlossen und hat im Deckel eine Öffnung H für den Auslass des gebildeten Wasserstoffes. Der Abzug dieses Gases kann mittels einer Saug- und Druckpumpe P beschleunigt werden, welche das Gas aus A absaugt und in das positive Fach B drückt. Das Druckrohr T dieser Pumpe reicht bis nahe zum Boden des Faches und mündet unten in ein gelochtes Querrohr ein, welches unter den positiven Elektroden gelegen ist. Das Gas tritt aus diesem Querrohr in Gestalt von Blasen aus, welche, den schräg ansteigenden Flächen der positiven Elektroden $G G'$ folgend, sich auf

2. Dünnwandiges Kühlrohr, etwa zur Hälfte mit 20 cc Salzsäure (spec. Gew. 1,19) gefüllt

A	B
explodirt bei 187° zu Pulver	ausssen 75 cc Äther und 15 g Ätzkalk. Bei 220° noch ganz.

4. Dickwandiges Kaliglasrohr, Carius'sche Bestimmung. Je 0,5000 g Thiocarbonalid, 6,6 cc Salpetersäure (spec. Gew. 1,52)

A	B
explodirt bei 220 bis 225°	ausssen 70 bis 80 cc Äther und 15 g Kalk, $1\frac{1}{2}$ Stunden auf 265 bis 270° erhitzt; bleibt ganz.

Unorganische Stoffe.

Ätzkali und Salzsäure durch Elektrolyse von Alkalichlorid. Nach J. P. Roubertie, V. Lapeyre und U. Grenier (D.R.P. No. 67754) ist der innen mit Glas u. dgl. bekleidete Bottich durch Scheidewand C (Fig. 125 und 126) in zwei Fächer A und B getheilt, welche bis zur Unterkante von C mit gepulvertem Kochsalz gefüllt werden. Ferner führen zwei mit Hähnen ausgerüstete Rohre E dem unteren Theil des Bottiches gesättigte Kochsalzlösung zu. Je eines dieser Leitungsrohre E mündet in je eines der Fächer A und B ein, in welchen die Elektrolyse vor sich gehen soll. Das Fach A ist

diesem Wege mit dem an diesen Elektroden freigewordenen Chlor zu Chlorwasserstoff verbinden, dessen Auflösung in Wasser, die Salzsäure, durch einen seitlichen Rohrstutzen K abfließt. Am negativen Pol wird das gebildete Natron durch den hochsteigenden Wasserstoff bis zur Oberfläche des Elektrolyten mitgerissen und fließt von da durch einen seitlichen Rohrstutzen L ab; die Concentration dieser Natronlösung wird später vorgenommen. Der am unteren Ende des Faches A angebrachte Rohrstutzen L' dient zur Entleerung dieses Faches. Der Zufluss und der Abfluss der Flüssigkeiten werden nach der Stärke der benutzten Elektrizitätsquelle geregelt. Will man eine concentrirte

Natronlösung erhalten, so kann man die Kochsalzlösung von oben in das negative Fach einfließen und Ätznatronlösung unten aus diesem Fach ablaufen lassen.

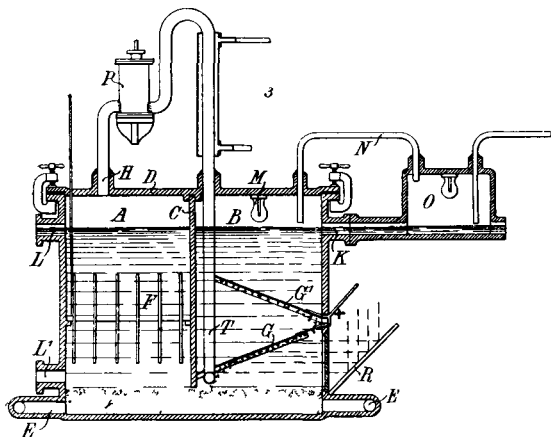


Fig. 125.

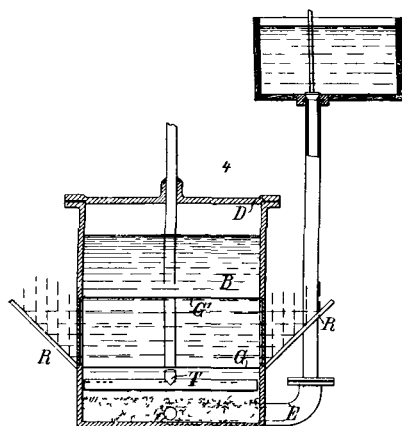


Fig. 126.

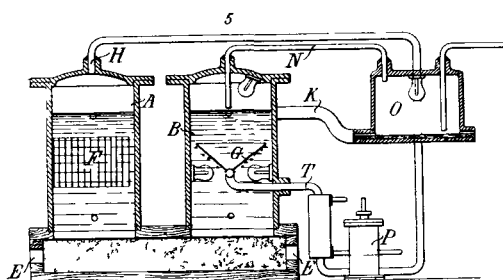


Fig. 127.

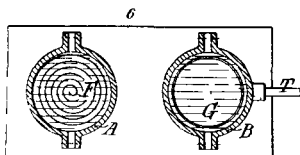


Fig. 128

Die mit cylindrischen Behältern ausgestattete Vorrichtung (Fig. 127 und 128) arbeitet in derselben Weise. Die negativen Elektroden *F* bestehen hier aus einer spiral-

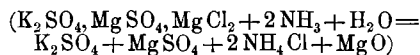
förmig zusammengerollten Platte, und die positive Elektrode *G* hat die Gestalt eines Trichters erhalten, dessen oberer Rand die Innenwandung des Cylinders *B* nicht berührt, um das Entweichen des Wasserstoffgases zu gestatten.

Um die vollständige Verbindung derganzen Menge des entwickelten Wasserstoffes und des freigewordenen Chlorgases zu sichern, kann man an dem oberen Theil des positiven Faches *B* eine Kammer oder einen leeren Raum *M* bilden, in welchem die Verbindung aller oder eines Theiles der Gase, welche über die Flüssigkeit gestiegen sind, stattfindet. Die dann noch nicht verbundenen Gase, wenn solche noch übrig bleiben, entweichen durch das Rohr *N*, welches bis nahe zur Oberfläche der Flüssigkeit reicht, und gelangen in eine andere Kammer *O*, über deren Boden die aus dem Fach *B* kommende Salzsäure hinwegfließt. Im Bedarfsfalle kann man mehrere Hülfskammern *O* hinter einander anordnen. Um die Verbindung des Wasserstoffes mit dem Chlor zu befördern, ist es vortheilhaft, auf das Gemenge dieser beiden Gase, während deren Verbindung vor sich geht, eine starke Lichtquelle einwirken zu lassen. Besteht die Vorrichtung aus Glas, so kann man beispielsweise kräftige Reflectoren *R* anwenden. Ferner kann man auch an verschiedenen Stellen der Vorrichtung, z. B. bei den positiven Elektroden, in der oberen Kammer *M* und in den Hülfskammern *O*, Glühlampen anbringen.

Gewinnung von kieselsäurefreier Thonerde nach Kunheim & Co. (D.R.P. No. 68 394). Die technische Gewinnung der Thonerde wird im Allgemeinen in der Weise bewirkt, dass man aus Bauxit zunächst ein Aluminat der Alkalien oder alkalischen Erden erzeugt und dieses Aluminat alsdann auf Thonerde verarbeitet. Die so dargestellte Thonerde enthält aber immer derartige Mengen Kieselsäure (auf 100 Th. Al_2O_3 etwa 1 bis 3 Th. SiO_2), dass sie zur Aluminiumfabrikation wenig geeignet ist. Das neue Verfahren beruht nun darin, dass der gewöhnlichen, vornehmlich mit Alkalien oder Erdalkalien, so mit Soda, Ätznatron, Baryt als aluminatbildendem Material hergestellten Bauxitschmelze ein Zusatz von Phosphorsäure gegeben und die Phosphorsäure im weiteren Verlauf des Verfahrens wieder ausgefällt wird. Dieser Zusatz von Phosphorsäure, welche für diesen Zweck in freiem oder gebundenem Zustand verwendbar ist, kann in gebundenem Zustand sowohl in Gestalt von Alkaliphosphat gemacht werden, als auch durch irgend ein anderes Phosphat,

welches durch Soda in Natriumphosphat umgesetzt wird. So kann man 1 Äq. $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$ im Bauxit mit 1 Äq. kohlensaurem Natron (Al_2O_3 im geringen Überschuss) verschmelzen unter Zusatz von Natriumphosphat oder einem Phosphat, welches die oben erwähnte Eigenschaft hat. Dabei richtet sich die Menge des zuzusetzenden Phosphats nach der Menge Kieselsäure, welche ohne weiteren Zusatz bei dem betreffenden Schmelzverfahren in die Aluminatlaugen überzugehen pflegt. Es wurde hierbei für praktisch befunden, auf 1 Äq. der ohne Zusatz von Phosphorsäure bez. Phosphat in die Laugen übergehenden Kieselsäure, deren Menge durch einen Versuch festgestellt werden kann, 1,5 Äq. Phosphorsäure zu verwenden. Unter dem Einfluss der Phosphorsäure enthalten dann die Aluminatlaugen meist nur geringe Mengen Kieselsäure, wohl aber fast die gesamte Menge der Phosphorsäure, welche nun durch geeignete Fällungsmittel, so durch Erdalkalien, wie Ätzkalk, quantitativ ausgefällt wird. Dabei werden zugleich neben wenig Thonerdekalk diejenigen Mengen Kieselsäure, welche noch in den Aluminatlaugen verblieben sind, fast quantitativ mitgefällt; ja dieser letztere Vorgang kann sogar dazu dienen, um beliebig gewonnene kieselsäurehaltige Aluminatlaugen durch Zugabe von löslichem Phosphat in geeigneter Menge und durch weitere Behandlung in vorgeschriebener Weise von ihrem Gehalt an Kieselsäure fast vollkommen zu befreien. Aus den durch Filtration von dem Phosphatniederschlag getrennten Laugen wird schliesslich die Thonerde auf gewöhnliche Weise durch Ausfällen mittels Kohlensäure abgeschieden.

Gewinnung von Kaliumsulfat oder Kalium-Natriumsulfat aus Salzlösungen nach F. W. Dupré (D.R.P. No. 68 572). Leitet man in eine Kainitlösung Ammoniakgas in Mengen gut äquivalent der Hälfte der in der angewendeten Menge Kainit enthaltenen Magnesiumsalze, trennt die Flüssigkeit von dem ausgeschiedenen $\text{Mg}(\text{OH})_2$ und leitet nun weiter Ammoniak in die Lösung, so scheidet sich jetzt, wenn der angewendete Kainit reiner Kainit war, der ganze Kaliumgehalt der Lösung als Kaliumsulfat (leicht vermischt mit einigen Procenten Ammoniumsulfat), wenn der angewendete Kainit mit Steinsalz verunreinigt war, der ganze Kaliumgehalt der Lösung als reines Kaliumnatriumsulfat, $\text{K}_3\text{Na}(\text{SO}_4)_2$, frei von jeder Beimischung von Ammoniumsulfat, aus. Die Anwesenheit der durch das erste Einleiten von Ammoniak gebildeten Ammoniumsalze



verhindert jede weitere Ausscheidung von $\text{Mg}(\text{OH})_2$ bei dem zweiten Einleiten von Ammoniak. Vermengt man die von dem Kaliumsulfat bez. Kaliumnatriumsulfat getrennte Flüssigkeit nun mit dem bei dem ersten Einleiten von Ammoniak erhaltenen Niederschlag, so erhält man durch Erhitzen den gesamten Ammoniakgehalt der Lösung — freies sowohl als gebundenes — wieder zurück.

Statt Kainit können auch andere Salze, z. B. Kaliummagnesiumsulfat, oder Salzmischungen, z. B. Carnallit und Magnesium- oder Natriumsulfat, Salzmischungen also, welche Kaliumverbindungen und Schwefelsäure enthalten, zur Darstellung von K_2SO_4 oder $\text{K}_3\text{Na}(\text{SO}_4)_2$ benutzt werden. Durch Zusatz eines Kaliumsalzes, z. B. KCl , zu einer Lösung von Kainit u. s. w. lässt sich der gesamte Schwefelsäuregehalt der Lösung als K_2SO_4 oder $\text{K}_3\text{Na}(\text{SO}_4)_2$ gewinnen. Bei Abwesenheit von Magnesiumsalzen, z. B. einer Lösung von KCl oder Sylvinit und Glaubersalz, fällt die erste Fällung einfach fort.

Dieses Ammoniakverfahren eignet sich besonders zur Verarbeitung des Rohkainits. Rohkainit enthält stets beträchtliche Mengen Steinsalz (30 bis 35 Proc.) beigemengt. Löst man Rohkainit in ungefähr seinem doppelten Gewicht Wasser und leitet in diese Lösung Ammoniak, so wird dasselbe vollständig gebunden, bis die Lösung ungefähr einer 2 bis 3proc. Ammoniaklösung entsprechen würde. Nach 6 bis 12 Stunden trennt man die kaum nach Ammoniak riechende Flüssigkeit von dem Niederschlag. Voluminös wie dieser Niederschlag in der Flüssigkeit suspendiert erscheint, beträgt derselbe bei Kainit doch nur etwa 10 Proc., bei Sylvinit und Magnesiumsulfat etwa 5 Proc. des Gesamtvolumens der Flüssigkeit. In einer Filterpresse verringert sich dieses Volumen noch erheblich. Das Waschwasser dieses Niederschlages dient zur Herstellung neuer Mengen Kainitlösung u. s. w. Leitet man nun weiter Ammoniak in die von dem Niederschlag getrennte Flüssigkeit, so geht dies als freies Ammoniak in Lösung und bewirkt die Ausscheidung des Kaliumnatriumsulfats. Ein Gehalt der Lösung von etwa 10 Proc. Ammoniak genügt zur Ausscheidung von 90 bis 95 Proc. des Kaliumgehalts des angewendeten Kainits.

Die Wiedergewinnung des Ammoniaks erfolgt wie bei dem Ammoniaksodaverfahren, nur tritt das erhaltene Magnesiumhydroxyd an Stelle des Kalks, und hat man $\frac{5}{6}$ des

insgesammt verbrauchten Ammoniaks schon als freies Ammoniak in Lösung.

Regelt man den Steinsalzgehalt des Rohkainits, so dass derselbe dem Magnesiumsulfatgehalt äquivalent ist, und kühlt die Lösung eines solchen Kainits unter 0° ab, so scheidet sich Glaubersalz aus und gibt die vom Glaubersalz getrennte Lösung, nun mit Ammoniak, wie angegeben, behandelt, reines Kaliumsulfat. Entweder durch Decken mit wenig Wasser oder durch entsprechenden Zusatz von Magnesiumsulfat (Kieserit) lässt sich z. B. diese Regelung des Steinsalzgehalts des Rohkainits leicht ausführen. Der ganze Kalium-, Natrium- und Schwefelsäuregehalt des Rohkainits wird so in der Form von Kaliumsulfat und Glaubersalz gewonnen.

Auch zur Darstellung von Kaliumsulfat oder Kaliumnatriumsulfat aus Sylvinit eignet sich dies Ammoniakverfahren. Man behandelt Sylvinit entweder mit einer verdünnten Magnesiumsulfatlösung (Kieseritlösung) — auf 2 Mol. KCl des Sylvinit 1 Mol. $MgSO_4$ — und verfährt genau, wie bei Kainit angegeben, oder man behandelt den Sylvinit mit einer verdünnten Glaubersalzlösung — auf 2 Mol. KCl 1 Mol. Na_2SO_4 — und kann nun den Kaliumgehalt des Sylvinit durch Einleiten von Ammoniak direct ausfällen. Enthält der Sylvinit Magnesiumsalze beige- mengt, z. B. Carnallit, so wird eventuell fractionirte Behandlung mit Ammoniak nothwendig. Der Kaliumgehalt des Carnallits wird dabei auch als Kaliumsulfat gewonnen.

Farbstoffe.

Farbstoffe der Indigoreihe. Die Badische Anilin- und Sodafabrik (D.R.P. No. 68372) findet, dass sich Methylphenylglycocoll und Äthylphenylglycocoll, welche in bekannter Weise durch Einwirkung von Monochloressigsäure auf Monomethyl- bez. Monoäthylanilin erhalten werden können, unter Zuhülfenahme von rauchender Schwefelsäure in ähnlicher Weise wie Phenylglycocoll mit besonderer Leichtigkeit in Sulfosäuren von Indigofarbstoffen umwandeln lassen.

Man trägt das Glycocoll in rauchende Schwefelsäure ein, welche einen Gehalt von 25 bis 70 Proc. an freiem Anhydrid besitzt. Hierbei ist es nöthig, die Temperatur der Reaktionsmasse so niedrig zu halten, dass beim Hinzufügen von neuer Substanz keine heftige Reaction eintritt, weil sonst leicht eine Zerstörung der Verbindung eintreten kann. Im Allgemeinen schwankt die günstigste Temperatur je nach der Stärke der angewendeten rauchenden Schwefelsäure von 10 bis 40° , und zwar so, dass bei stärkerer

Säure niedrigere Temperatur zu wählen ist. Die Reaction ist beendet, sobald Lösung der Substanz eingetreten ist, und es empfiehlt sich nun, sofort mit dem Abstumpfen des freien Anhydrids zu beginnen, weil sonst leicht tiefergreifende Veränderungen auftreten. Das Abstumpfen des freien Anhydrids kann durch Hinzufügen von Wasser oder durch einen feuchten Luftstrom erfolgen, auch erreicht man den Zweck durch Verdünnen mit 60 bis 90proc. Schwefelsäure.

Sobald das überschüssige Anhydrid in Monohydrat umgewandelt ist, beginnt sich die vorher gelblichbraune Lösung an der Luft zu bläuen. Man leitet nun einen Luftstrom in dieselbe ein, wobei sich die vorhandene Leukoverbindung rasch in Farbstoff verwandelt. Hierauf giesst man unter Kühlung in Wasser und salzt den Farbstoff auf übliche Weise, z. B. mittels Kochsalz, aus. Die Oxydation der Leukoverbindung kann auch durch Zusatz von Eisenchlorid oder eines ähnlichen Oxydationsmittels bewirkt werden, jedoch erweist sich der Sauerstoff der Luft als vorthellhafter.

Beispiele: 1. 50 Th. Methylphenylglycocoll werden in 400 Th. rauchende Schwefelsäure mit 30 Proc. Gehalt an freiem Anhydrid unter sorgfältigem Rühren und Kühlen eingetragen, wobei die Temperatur 40° nicht überschreiten soll. Sobald Lösung eingetreten ist, leitet man einen feuchten Luftstrom in die kühl gehaltene Masse, bis dieselbe nicht mehr raucht, und setzt nun die Behandlung mit Luft so lange fort, als eine Zunahme der Farbenintensität wahrzunehmen ist. Hierauf giesst man die Flüssigkeit in die circa zehnfache Menge Wasser unter Kühlung ein, fällt den Farbstoff mit Kochsalz aus, filtrirt, presst und trocknet.

2. 50 Th. Äthylphenylglycocoll werden mit etwa 100 Th. Schwefelsäuremonohydrat gemischt und nun unter Umrühren und Kühlen in 400 Th. rauchende Schwefelsäure, 70 Proc. freies SO_3 enthaltend, eingetragen. Die Temperatur der Masse soll möglichst niedrig gehalten werden, jedoch so, dass noch kein Erstarren der Säure eintritt.

3. 50 Th. Äthylphenylglycocoll werden mit 100 Th. Schwefelsäure gemischt und nun unter Kühlung und Rühren sehr hochprocentiges Schwefelsäureanhydrid (95 bis 100proc.) allmählich zugegeben, bis die resultirende Masse ungefähr 30 Proc. freies Anhydrid enthält. Die weitere Behandlung ist auch hier wie im Beispiel 1.

Der Farbstoff aus Methylphenylglycocoll stellt ein dunkles, grünliches Pulver dar, welches in Wasser leicht mit blaugrüner Farbe, in Alkohol nur sehr wenig löslich ist und Wolle

im kochenden sauren Bad mit blaugrünem Ton färbt.

Der aus Äthylphenylglycocoll erhaltene Farbstoff ist dem vorigen sehr ähnlich und unterscheidet sich von demselben hauptsächlich dadurch, dass seine wässrige Lösung eine weniger blaugüne, sondern eine reiner grüne Nüance besitzt, und dass er in Alkohol etwas leichter löslich ist. Er färbt Wolle im kochenden sauren Bad ebenfalls mit blaugrüner Nüance.

Patent-Anspruch: Verfahren zur Darstellung von grünfärbenden Sulfosäuren indigoartiger Farbstoffe, darin bestehend, dass man an Stelle des Phenylglycocoll in dem durch Patent No. 63 218 geschützten Verfahren Methylphenylglycocoll oder Äthylphenylglycocoll mit rauchender Schwefelsäure behandelt und die entstandene Leukoverbindung durch Einwirkung des Luftsauerstoffs oder anderer Oxydationsmittel in Farbstoff überführt.

Gelben basischen Farbstoff der Auramingruppe erhält die Badische Anilin- und Sodafabrik (D.R.P. No. 68 004) aus symmetrischem Diäthylidiamidodi-o-tolylmethan.

Patent-Anspruch: Verfahren zur Darstellung eines gelben Farbstoffes der Auramingruppe, darin bestehend, dass man in dem Verfahren des Haupt-Patentes (67478) an Stelle des dort verwendeten symmetrischen Dimethylidiamidodi-o-tolylmethans symmetrisches Diäthylidiamidodi-o-tolylmethan der Einwirkung von Schwefel bei Gegenwart von Ammoniak unterwirft.

Desgl. aus Dimethyldiamidodiphenylmethan (D.R.P. No. 68 011).

Patent-Anspruch: Verfahren zur Darstellung eines gelben basischen Farbstoffes der Auramingruppe, darin bestehend, dass man in dem Verfahren des Haupt-Patentes, an Stelle des dort verwendeten symmetrischen Dimethyldiamido-o-ditolylmethans, symmetrisches Dimethyldiamidodiphenylmethan mit Schwefel und Ammoniakgas erhitzt.

Monoazofarbstoffe aus Amidosulfobez. Amidocarbonsäuren und p-Xylidin der Actiengesellschaft für Anilinfabrikation (D.R.P. No. 67 991).

Patent-Anspruch: Verfahren zur Darstellung von Amidoazofarbstoffen, welche Wolle sowohl in saurem Bade als auch unter Anwendung von Chrombeizen färben, darin bestehend, dass man Diazobenzol-p-sulfosäure, Diazobenzol-m-sulfosäure und m-Diazobenzoësäure auf p-Xylidin bez. dessen Salze einwirken lässt.

Blaurother Azofarbstoff aus Dehydrothio-m-xylidin derselben Actiengesellschaft (D.R.P. No. 68 047).

Patent-Anspruch: Verfahren zur Darstellung eines Baumwolle direct färbenden blaurothen Azofarbstoffes aus Dehydrothio-m-xylidin, darin be-

stehend, dass man in dem Pat. No. 63 951 die daselbst erwähnte α -Naphtholdisulfosäure ϵ ersetzt durch die α -Naphtholdisulfosäure S (Pat. No. 40 571).

Blaurother Azofarbstoff aus Dehydrothio- ψ -cumidin derselben Actiengesellschaft (D.R.P. No. 68 048).

Patent-Anspruch: Verfahren zur Darstellung von Baumwolle direct färbenden Azofarbstoffen, darin bestehend, dass man in dem Verfahren des Pat. No. 63 951 bez. des Zusatzes No. 68 047 das Dehydrothio-m-xylidin ersetzt durch Dehydrothio- ψ -cumidin, und die Diazoverbindung dieser Base combinirt mit α -Naphtholdisulfosäure ϵ (Pat. No. 45 776) und α -Naphtholdisulfosäure S (Pat. No. 40 571).

Beizenfärbende Disazofarbstoffe aus Diamidosalicylsäure von L. Casella & Cp. (D.R.P. No. 68 303).

Patent-Anspruch: Verfahren zur Darstellung beizenfärbender Disazofarbstoffe für Wolle aus Diamidosalicylsäure, darin bestehend, dass 1 Mol. Tetrazoverbindung dieser Säure verbunden wird mit 2 Mol. Phenol, m-Phenylendiamin, Dioxynaphthalinsulfosäure S, $\alpha_1\alpha_4$ -Dioxynaphthalin- $\beta_2\beta_3$ -disulfosäure, γ -Amidonaphtholsulfosäure (in alkalischer Lösung), $\alpha_1\alpha_4$ -Amidonaphthol- $\beta_2\beta_3$ -disulfosäure (H) (in alkalischer Lösung).

Disazofarbstoffe aus Amidonaphtholsulfosäure von Casella & Cp. (D.R.P. No. 68 462).

Patentansprüche: 1. Neuerung in dem Verfahren des Pat. No. 55 648, darin bestehend, dass die Tetrazoverbindungen von Benzidin, Tolidin statt mit γ -Amidonaphtholsulfosäure hier mit 2 Äquivalenten Amidonaphtholmonosulfosäure H in alkalischer Lösung verbunden werden.

2. Neuerung in dem Verfahren des Pat. No. 55 648 bez. des Pat. No. 57 857, darin bestehend, dass 1 Äquivalent Tetrazodiphenyl mit 1 Äquivalent Amidonaphtholmonosulfosäure H an Stelle der dort verwendeten γ -Amidonaphtholsulfosäure und 1 Äquivalent α -Naphthol- α -sulfosäure, Naphthionsäure, β -Naphtylamin- β -sulfosäure, Salicylsäure, Phenol, γ -Amidonaphtholsulfosäure verbunden wird.

Naphthalinhaltige Thioninfarbstoffe von Casella & Cp. (D.R.P. No. 68 141).

Patent-Anspruch: Verfahren zur Darstellung von naphthalinhaltigen Thioninfarbstoffen, darin bestehend, dass Sulfobenzylmethyl-(äthyl)-p-phenylen-diaminthiosulfosäuren nach dem Verfahren des Pat. No. 46 805 bei Gegenwart von α -Naphtylamin, Monomethyl-(äthyl)- α -naphtylamin, α -Naphtylamin-sulfosäure $\alpha_1\beta_1$, α -Naphthol, α -Oxynaphtoësäure, α -Naphtholmonosulfosäure $\alpha_1\beta_1$ oxydirt und die entstandenen Indaminsulfosäuren in chlorzinkhaltiger Lösung erhitzt werden.

Benzylirte Diamidodiphenylmethanbasen der Gesellschaft für chemische Industrie (D.R.P. No. 68 665).

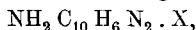
Patent-Anspruch: Verfahren zur Darstellung benzylirter Diamidodiphenylmethanbasen, darin bestehend, dass man Tetramethylidamidodiphenylmethan bez. Tetraäthylidamidodiphenylmethan mit 1 oder 2 Mol. Benzylchlorid auf 170 bis 175° erhitzt, bis kein Chloralkyl mehr abgespalten wird.

Neue Dioxynaphtalindisulfosäure der Farbstoffe von Meister Lucius & Brünig (D.R.P. No. 67563).

Patent-Anspruch: Verfahren zur Darstellung einer neuen Dioxynaphtalindisulfosäure, darin bestehend, dass man die im Patent No. 56058 beschriebene Naphtosultondisulfosäure oder die entsprechende Naphtoltrisulfosäure bez. deren Salze mit Ätzalkalien mit oder ohne Anwendung von Druck auf Temperaturen von 170 bis 250° erhitzt.

Monoazofarbwerke aus $\alpha_1\alpha_2$ -Naphtylendiamin derselben Farbwerke (D.R.P. No. 68022).

Patent-Anspruch: Verfahren zur Darstellung von Monoazofarbstoffen der allgemeinen Formel:



welche sich vom $\alpha_1\alpha_2$ -Naphtylendiamin ableiten, darin bestehend, dass man an Stelle von $\alpha_1\alpha_2$ -Diazacetnaphtylamin des Haupt-Patentes nachbenannte Componenten mit diazotirtem $\alpha_1\alpha_2$ -Nitronaphtylamin condensirt und die in den so entstehenden Farbstoffen enthaltene Nitrogruppe durch sogenannte alkalische Reductionsmittel, wie Traubenzucker, Zinnoxidul, Zinkstaub, Schwefelnatrium, Schwefelammonium, Polysulfurete der Alkalien, Eisenoxydulhydrat u. s. w., in neutraler bez. alkalischer Lösung reducirt.

Unter den nachbenannten Componenten sind verstanden:

α -Naphtolmonosulfosäure von Nevile-Winther;
 α -Naphtoldisulfosäure S des Pat. No. 40571;
 α -Naphtoldisulfosäure ε des Pat. No. 45776;
Naphtoldisulfosäure des Pat. No. 38281;
 α -Naphtoltrisulfosäure, deren Anhydrid die Naphtosultondisulfosäure des Pat. No. 56058 vorstellt:

β -Naphtolmonosulfosäure von Schäffer;
 β -Naphtolmonosulfosäure F des Pat. No. 42112;
 β -Naphtoldisulfosäure R des Pat. No. 3229;
 β -Naphtoldisulfosäure G des Pat. No. 3229;
 β -Naphtoldisulfosäure δ des Pat. No. 44079;
 β -Naphtoltrisulfosäure des Pat. No. 22038;
Dioxynaphtalinmonosulfosäure G, Dioxynaphtalinmonosulfosäure R, welche beide aus den β -Naphtoldisulfosäuren G und R des Pat. No. 3229 durch Verschmelzen mit Ätzalkali erhalten werden;

Dioxynaphtalinmonosulfosäure, welche aus der α -Naphtoldisulfosäure ε des Pat. No. 45776 durch Verschmelzen mit Ätzalkali erhalten wird;

Dioxynaphtalinmonosulfosäure S, welche aus der α -Naphtoldisulfosäure S des Pat. No. 40571 durch Verschmelzen mit Ätzalkalien erhalten wird;

Dioxynaphtalinmonosulfosäure des Pat. No. 42261;

Dioxynaphtalindisulfosäure Isomere A, Dioxynaphtalinsulfosäure Isomere B, welche beide bei

dem Verschmelzen der β -Naphtoltrisulfosäure des Pat. No. 22038 mit Ätzalkalien entstehen;

Dioxynaphtalindisulfosäure, welche entsteht, wenn man die α -Naphtoltrisulfosäure, welche durch Weitersulfurirung der α -Naphtoldisulfosäure S des Pat. No. 40571 gewonnen wird, mit Ätzalkalien verschmilzt;

Dioxynaphtalindisulfosäure, welche entsteht, wenn man die α -Naphtoltrisulfosäure des Pat. No. 10785 mit Alkalien verschmilzt;

Dioxynaphtalindisulfosäure, welche entsteht, wenn man die Naphtosultondisulfosäure des Pat. No. 56058 mit Ätzalkalien verschmilzt und welche „Chromotropsäure“ genannt wird;

Trioxynaphtalinmonosulfosäure, welche durch Verschmelzen der Naphtoltrisulfosäure des Pat. No. 22038 mit Ätzalkalien entsteht;

Salicylsäure;

o-Kresotinsäure;

m-Kresotinsäure;

β -Oxynaphtoësäure vom Schmp. 216°;

α -Oxynaphtoësäure;

Naphtionsäure;

Naphtalindisulfosäure;

β -Naphtylaminsulfosäure Brönners;

β -Naphtylamin- γ -sulfosäure.

Neue Bücher.

G. Lunge: Handbuch der Sodaindustrie und ihrer Nebenzweige. 1. Bd. Handbuch der Schwefelsäurefabrikation. 2. Aufl. (Braunschweig, Fr. Vieweg und Sohn.) Pr. 30 M.

Im Vergleich zur ersten Auflage liegt hier thatsächlich ein ganz neues Werk vor, welches auf 832 S. und mit 396 Abbildungen dem heutigen Stande der gesammten Schwefelsäurefabrikation in durchaus mustergültiger Weise entspricht.

Bekanntlich verdanken wir gerade dem Verf. die umfassendsten und gründlichsten Arbeiten über die Theorie der Schwefelsäure und die bez. Untersuchungsverfahren. Gleichzeitig hat derselbe die im Fabrikbetriebe gemachten Erfahrungen in vollkommenster und gründlichster Weise berücksichtigt, von den Apparaten genaue Zeichnungen nebst Anleitung zum Bau und Betriebe gegeben, so dass das Werk zweifellos der beste und zuverlässigste Führer auf diesem Gebiete ist.

Ferd. Fischer: Jahresbericht über die Leistungen der chemischen Technologie mit besonderer Berücksichtigung der Gewerbestatistik für das Jahr 1892. Mit 227 Abbildungen (Leipzig, Otto Wigand).

Wie im Handbuch (vgl. S. 234 d. Z.), so sind jetzt auch im Jahresbericht die mechanischen Hilfsmittel für Chemiker in einem besonderen Abschnitt besprochen.

K. Heumann: Anleitung zum Experimentiren bei Vorlesungen über