

1. 50 cc einer Lösung, die 30 g krystallisirten gelben Blutlaugensalzes im Liter enthielt, wurde in der Kälte langsam unter Umrühren in die gleiche Menge einer 40 g im Liter enthaltenen Lösung von krystallisirtem Kupfervitriol eingegossen. Das Filtrat war hellblau. Der dunkelrothbraune, amorphe Niederschlag wurde kalt ausgewaschen, bis das Waschwasser nicht mehr mit Baryumchlorid reagirte, was bei seiner voluminösen Beschaffenheit ziemlich lange dauerte. Er wurde erst auf rohem Porzellan, dann über Schwefelsäure getrocknet. Zur Analyse wurden etwa 0,6 g zunächst bei 105° bis zu constantem Gewicht erwärmt und dann in einer Platinschale mit concentrirter Schwefelsäure und etwas concentrirter Salpetersäure zersetzt. Nach dem Abbrauchen der Hauptmenge überschüssiger Schwefelsäure wurde mit Wasser verdünnt und zur Lösung der Sulfate auf dem Wasserbade erwärmt. Das Kupfer wurde elektrolytisch ausgeschieden, das Eisen mit Ammoniak gefällt und das Kalium als Sulfat bestimmt. Die Ergebnisse der Analyse werde ich mit denen der übrigen am Schlusse zu einer Tafel zusammenstellen.

2. 250 cc der Ferrocyanolösung wurden kochend heiss langsam unter Umrühren in 250 cc der siedenden Kupferlösung gegossen. Alles andere, wie beim vorigen Versuche, nur dass heiss ausgewaschen wurde.

3. Wie bei 1., nur dass die Kupferlösung in die Ferrocyanolösung eingegossen wurde.

4. Ebenso, nur dass beide Lösungen rasch gleichzeitig zusammengegossen wurden.

5. Je 250 cc beider Lösungen wurden lauwarm rasch gleichzeitig zusammengegossen. Der Niederschlag wurde kalt ausgewaschen.

6. 50 cc der Ferrocyanolösung wurden langsam unter Umrühren und in der Kälte in 100 cc der Kupferlösung eingegossen. Das Filtrat ist blau. Alles andere wie bei 1.

7. Wie beim vorigen Versuch, nur dass die Kupferlösung in die Ferrocyanolösung eingegossen wurde.

8. Ebenso, nur wurden beide Lösungen plötzlich in einander gegossen.

9. 100 cc der Ferrocyanolösung wurden in der Kälte langsam unter Umrühren in 50 cc der Kupferlösung eingegossen. Der Niederschlag ist noch bedeutend schwerer auszuwaschen, als bei den vorhergehenden Versuchen, und geht zum grossen Theile mit durch's Filter. Die Farbe des Filtrates ist braungelb, stärker gefärbt als die angewandte Ferrocyankaliumlösung: es enthält also Ferrocyankupfer gelöst.

10. Wie beim vorigen Versuche, nur dass die Kupferlösung in die des Ferrocyankaliums eingegossen wurde.

11. Ebenso, nur dass beide Lösungen plötzlich in einander gegossen wurden.

Aus den Ergebnissen der Analyse lässt sich schliessen, dass der aus Kupfervitriol- und Ferrocyankaliumlösungen mittlerer Concentration entstehende Niederschlag zwar stets Kalium enthält, jedoch nicht als wesentlichen Bestandtheil, sondern nur von einer schwer auszuwaschenden Verunreinigung mit Ferro-

cyankalium herrührend. Hierfür sprechen sowohl die sehr wechselnden Mengen Kalium, wie auch der Umstand, dass diese ungefähr im umgekehrten Verhältniss zur Auswaschbarkeit des Niederschlages stehen. Das Wasser scheint wohl nur hygroskopisch festgehalten zu werden; seine Menge nimmt mit steigendem Kaliumgehalte ab.

## Elektrochemie.

Darstellung von reinem Chrom und Mangan nach Fr. Krupp (D.R.P. No. 81225). Leitet man durch geschmolzenes Chlornatrium einen elektrischen Strom von entsprechender Stärke, so wird an der einen Elektrode Natrium, an der anderen Chlor abgeschieden. Verwendet man nun ein Metall oder eine Metalllegirung, z. B. Manganeisen, als positive Elektrode, so wird das Chlor die Metalle in Chlorverbindungen überführen und diese werden von der Schmelze aufgenommen. Bei diesem Process wird jedoch das gebildete Metallchlorid sofort nach seiner Entstehung wieder zerstört, indem das am anderen Pole auftretende Natrium entweder zu Natriumoxyd verbrennt, die Schmelze alkalisch macht und so das Chlorid des betreffenden Metalles zerlegt und letzteres als Oxyd ausfällt, oder indem das Natrium unter Rückbildung von Chlornatrium das schon gelöste Metall in fein vertheiltem Zustande abscheidet.

Zur Unterdrückung dieser Reactionen muss man das Alkalimetall unschädlich machen. Dies wird erreicht und die Chloridbildung findet ganz ungestört statt, wenn man auf irgend eine Weise verhindert, dass das durch Auflösung des am positiven Pol befindlichen Metalls entstandene Chlorid zu dem am negativen Pol entstandenen Natrium bez. Natriumoxyd übergeht.

Um gibt man z. B. den negativen Pol mit einer Thonzelle oder schaltet man zwischen beiden Polen ein Diaphragma ein, welches von den Elektrolyten nicht angegriffen wird, oder vollzieht man die Elektrolyse in einem U-förmigen Rohre aus entsprechendem feuerfesten Material, oder sorgt man durch entsprechende Erhitzung für fortwährende Verdampfung des Natriums am negativen Pol, so wird sich das entstandene Chlorid um den positiven Pol herum ansammeln, während sich das ausgeschiedene Natrium oder das aus diesem durch Verbrennung an der Luft gebildete Oxyd entweder am negativen Pole anhäuft oder entfernt wird. Auch kann

man das sich abscheidende Natrium dadurch entfernen, dass man dasselbe während der Elektrolyse oder später durch einen Chlorstrom in Chlornatrium zurückverwandelt.

Sobald sich eine genügende Menge Metallchlorid gebildet hat und das am negativen Pol abgeschiedene Natrium oder Natriumoxyd nicht schon entfernt ist, beseitigt man dasselbe in passender Weise durch Herausnehmen der Thonzelle, Entleerung der den negativen Pol umgebenden Gefäßabtheilung, Einleiten von Chlor u. dgl. Durch weitere Einwirkung des Stromes werden nun die reinen Metalle oder Legierungen, deren Herstellung bezweckt wird, an der Kathode abgeschieden, während gleichzeitig fortwährend aus dem am positiven Pole befindlichen Metall neue Chloridmengen gebildet werden und so die Zusammensetzung des Bades constant erhalten bleibt.

An der negativen Elektrode erhält man also das Metall oder die Metalllegirung in reiner Form aus dem unreinen kohlenstoffhaltigen Rohmetalle, welches als positive Elektrode zur Verwendung kam, und kann auf diesem Wege aus dem unreinen Rohstoffe, wie er gewöhnlich technisch hergestellt wird, das gewünschte Metall bez. die gewünschte Legirung in reinem Zustande darstellen. So wird beispielsweise aus dem unreinen Ferromangan und Ferrochrom des Handels reines kohlenstofffreies Eisenmangan und Eisenchrom erzeugt, und ebenso können auch alle anderen Metalle und Legierungen mit Hilfe des Verfahrens auf den höchsten Grad der Reinheit gebracht werden.

Hat man von vornherein eine zur Bildung des Bades genügende Menge von Chloriden oder von den entsprechenden Haloidverbindungen der zur Elektrolyse kommenden Hüttenproducte zur Verfügung, so kann man sich das für den Process nöthige Bad von vornherein in der gewünschten Concentration zusammenschmelzen und dann ohne Weiteres zur Metallabscheidung übergehen. Auch kann man bei einigen leicht schmelzbaren und schwer flüchtigen Metallchloriden den Zusatz der Alkalihaloide vollständig fortlassen und diese für sich allein als Elektrolyten verwenden.

An Stelle des Chlornatriums können auch alle sonstigen in der Rothglut schmelzenden Haloidverbindungen der Alkalien und alkalischen Erden als Elektrolyten Verwendung finden, und verlaufen dann die Reactionen ganz analog und entsprechend den veränderten chemischen Zusammensetzungen.

Herstellung von Aluminium und Magnesium. M. Jaennigen (D.R.P. No.

Ch. 95.

80944) empfiehlt die Darstellung der Doppelsulfide des Aluminiums und Magnesiums und die Elektrolyse dieser Doppelsulfide unter Luftabschluss in einer Schwefelkohlenstoffatmosphäre, indem in einem Glühgefäß *A* (Fig. 138) aus Gusseisen oder sonst einem feuer- bez. bruchsicheren Material Schwefelkohlenstoffgas durch Rohr *r* eingeleitet wird, während durch das Zahnradgetriebe  $z_1$  der Ventilkegel *K*<sub>1</sub> geöffnet wird und das in dem Füllschacht *F* aufgeschüttete aluminium- bez. magnesiumhaltige Material in den Tiegel *T* herabfällt. Das Material in *F* besteht aus einem fein geriebenen Gemenge

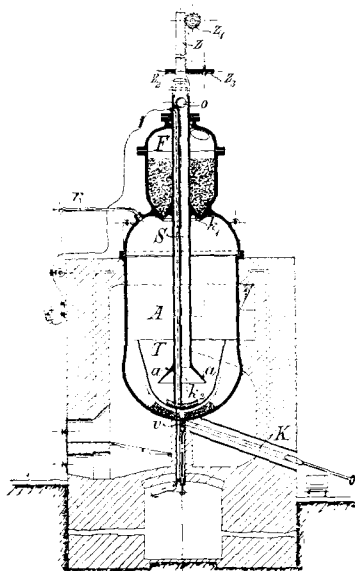
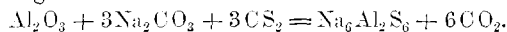


Fig. 138.

von in Soda oder einem anderen Carbonat der Alkalien bez. alkalischen Erden eingeschmolzener Thonerde oder Magnesia. Bereits bei mässiger Erhitzung des Glühgefäßes *A* bilden sich ohne Schwierigkeit die Doppelschwefelverbindungen des Aluminiums bez. Magnesiums mit dem Alkali:



Das Ende der Reaction gibt sich dadurch zu erkennen, dass die Kohlensäureproduction aufhört und dafür der Schwefelkohlenstoff unzersetzt überdestillirt, so dass derselbe in einem gekühlten Vorstoss zurückgewonnen werden kann.

Durch eine Hohlspindel *S* und Rohrmündung *O* entweichen die Abgase nach einem Sammelgefäß unter Wasserverschluss. Ein Zusammenbacken der Sulfide kann durch Drehung der Hohlspindel *S* um ihre Mittelachse, mit der an ihrem unteren Ende ein Conus *k*<sub>2</sub> mit Ansätzen *a* verbunden ist, und durch das Zahnradgetriebe  $z_2 z_3$  verhütet werden. Es empfiehlt sich, die Elektrolyse

der nach dem eben beschriebenen Verfahren dargestellten Doppelsulfide ihrer bekanntlich sehr geringen Luftbeständigkeit wegen in demselben Apparate, in dem sie erzeugt wurden, unter Luftabschluss vorzunehmen. Ein geeignetes Lösungsmittel wird in *F* aufgegeben, so dass dasselbe durch wiederholtes Heben der Hohlspindel *S* und damit des Ventilkegels *K*<sub>1</sub>, ohne Luft einzulassen, in den Tiegel *T* über das Doppelsulfid gelangen kann. Durch Heben bez. Senken der Hohlspindel *S* ist es gleichzeitig ermöglicht, die Stellung der an ihrem untersten Ende angebrachten Kohleanode entsprechend zu reguliren. Die positive Zuleitung befindet sich in einem eigenen, in die Hohlspindel *S* eingebauten Zuleitungskanälchen.

Das Reduktionsgefäß *T* kann aus einem feuerfesten Thon (etwa hessischem Thon oder dgl.) bestehen und ist innen mit Graphitkohlenmasse ausgekleidet. Während der Elektrolyse, zu der nur eine geringe Spannung erforderlich ist, wird von Zeit zu Zeit ein Ventilabschlussorgan *v* niedergeschraubt, so dass durch Kanal *K* das flüssige Metall abgestochen werden kann. Die Anode besteht aus reiner Kohle, die Kathode ist die innere Auskleidung des Reduktionsgefäßes *T*.

Zum Schmelzen und Überhitzen von Metallen u. dgl. wird nach C. G. P. de Laval (D.R.P. No. 80462) die erforderliche Hitze dadurch erzeugt, dass man einen elektrischen Strom durch geschmolzenes, wenig leitendes Material leitet, welches zufolge des Widerstandes, welchen es dem elektrischen Strom bietet, dabei auf Schmelztemperatur erhitzt wird. Wenn das Metall, beispielsweise Eisen, von oben eingeführt wird, so sinkt es durch sein grösseres spec. Gewicht durch das erwähnte Material; während seines Durchganges durch dasselbe nimmt es die für das Schmelzen erforderliche Temperatur an. Um einen genügend langen Lauf zu geben, richtet man es so ein, dass der Strom um eine Brücke gehen muss, indem die beiden Elektroden an jeder Seite der letzteren und unter dem erwähnten Elektrolyt eingeführt sind. Hierbei können beide Elektroden aus demselben Metall wie das zu schmelzende hergestellt sein, oder die eine Elektrode kann auch aus Kohle o. dgl. und die zweite aus Metall bestehen. Da diese Elektroden sich unter dem geschmolzenen, wenig leitenden Elektrolyt befinden, so werden dieselben ein wenig abschmelzen, so dass sie in das erzeugte geschmolzene Metall übergehen. Da man die Elektrode bis an den Übergang des metallischen Leiters in den Elektrolyt zu rechnen

pflügt, so werden also beim vorliegenden Verfahren die beiden Elektroden oder wenigstens die eine derselben aus geschmolzenem Metall bestehen. Wünscht man den Process zu einem continuirlichen zu machen, so wird das Metall dauernd zugeführt, während sowohl das entstandene geschmolzene Metall, als auch die darüber befindliche, wenig leitende Masse selbstthätig auf gleicher oder beinahe gleicher Höhe gehalten wird. Das Schmelzen findet derart statt, dass der geschmolzene Elektrolyt in den Ofen eingeführt und noch mehr erhitzt wird, indem man einen elektrischen Strom durch denselben schickt; es ist zweckmässig, hierfür Wechselströme in den Fällen zu benutzen, wo der Elektrolyt nicht zerlegt werden soll. Wenn die Temperatur genügend hoch geworden ist, wird das Metall in irgend einer Form zugesetzt, d. h. entweder als freies Metall oder als eine Metallverbindung, welche letztere erst im Ofen zu freiem Metall reducirt wird. Hat dieses ein grösseres spec. Gewicht als der Elektrolyt, so wird dasselbe von oben eingeführt und sinkt dann durch den Elektrolyt nieder, wobei es schmilzt und sich in geschmolzenem Zustande am Boden des Ofen sammelt, von welchem es in irgend einer Weise entfernt wird.

In Fig. 139 bis 142 bezeichnet *A* den Ofen, in welchen man, wenn es sich z. B. um Schmelzen von Eisen handelt, durch das Loch *B* Eisenschwamm einführen kann. Im unteren Theil des Ofens befindet sich eine Brücke *C* aus feuerfestem Material, die sich quer über den Ofen erstreckt und an deren beiden Seiten die mit einer Elektrizitätsquelle verbundenen Elektroden *D* und *E* angebracht sind. Diese bestehen im vorliegenden Falle aus Eisenstangen, welche am Boden des Ofens in die Höhlung zwischen der Brücke *C* und der Ofenwand eingeführt sind. *F* und *G* sind zwei Metallablässe, welche als Überfälle eingerichtet sind, so dass das Metall abfließt, wenn es eine gewisse Höhe erreicht hat. *H* ist ein Loch in der Ofenwand, zum Zweck, den geschmolzenen, wenig leitenden Elektrolyt auf gleicher Höhe zu halten. Als Elektrolyt verwendet man dabei magnetisches Eisenerz. Wenn es sich um das Schmelzen von Zink- oder Bleierzen handelt, ist Schwefeleisen anzuwenden. Die Brücke *C* ist hohl und durch die Höhlung derselben führt ein abgeplattetes Rohr *C*<sup>1</sup>, um die erforderliche Abkühlung der Brücke durch Einleiten von Wasser oder dgl. durch das Mundstück *C*<sup>2</sup> zu vermitteln. *C*<sup>3</sup> ist der Ablass für das Wasser oder die Kühlflüssigkeit.

Wenn der Ofen in Gang gesetzt werden soll, wird der geschmolzene Elektrolyt *J* durch das Loch *B* eingegossen und die Elektroden *D* und *E* mit der Elektrizitäts-

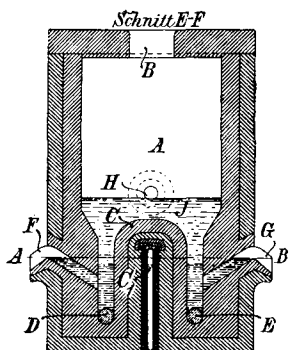


Fig. 139.

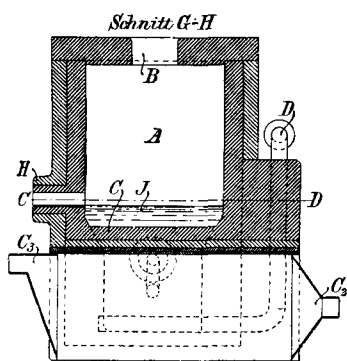


Fig. 140.

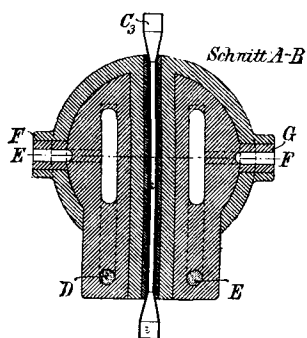


Fig. 141.

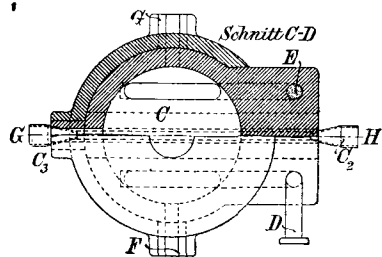


Fig. 142.

quelle verbunden. Der Strom geht dann durch den Elektrolyt und um die Brücke *C*, wobei der Elektrolyt noch mehr erhitzt wird. Das Metall wird hierauf in irgend

einer Form eingeführt, sinkt durch den Elektrolyt nieder, während es von diesem bis auf Schmelztemperatur erhitzt wird, und sammelt sich in geschmolzenem Zustande am Boden des Ofens. Die Elektroden *D* und *E* schmelzen auch ein wenig ab, so dass dieselben während des Betriebes aus geschmolzenem Metall bestehen. Da ununterbrochen Metall zugeführt wird, durch den Elektrolyt *J* hinuntersinkt und sich auf dem Boden des Ofens sammelt, so fließt dies schliesslich ununterbrochen durch die Abflüsse *F* und *G* ab. Die Höhe dieser Abflüsse über dem Ofenboden bestimmt also den Abstand zwischen den beiden Elektroden und somit den Weg, welchen der Strom durch den Elektrolyt von einem Pole zum anderen zu nehmen hat. In derselben Weise wird die Höhe des Elektrolytes *J* vom Loche *H* selbstthätig geregelt.

Zur Reinigung von Ölen und Fetten wollen F. B. Aspinall, R. W. Hoar und G. H. Wise (D.R.P. No. 80 935) die Öle oder Fette leitend machen und dann einen elektrischen Strom hindurchschicken. Ist z. B. Baumwollsamööl oder Olivenöl zu behandeln, so theilt man einen Behälter durch ein Diaphragma in zwei Theile. In jeden Theil des Behälters bringt man eine Elektrode, wobei an der positiven Seite vorzugsweise eine Kohlenelektrode und an der negativen Seite eine Kupferelektrode benutzt wird. Die Elektroden werden mit einer Gleichstrommaschine verbunden, deren Spannung nicht weniger als 6 Volt beträgt. Die Kohlenelektrode an der positiven Seite taucht in eine Kochsalzlösung von 8° Tw. Das Öl wird am besten dadurch leitend gemacht, dass man es mit einer gleichen Menge Salzlösung von derselben Stärke vermengt; mit diesem Gemenge von Öl und der Salzlösung wird der Theil des Behälters gefüllt, der die Kupferelektrode enthält. Das Diaphragma ist porös und gestattet dem Strom den Durchgang, hält aber das Öl in dem einen Theil des Behälters zurück. Eine Trennung des Öles von der Salzlösung wird durch beständiges und kräftiges Rühren vermieden, das am besten durch ein mechanisches Rührwerk bewerkstelligt wird.

Beim Durchgang des Stromes wird Ätzalkali und Wasserstoff gebildet; diese wirken auf das Öl, während es mit Salzlösung innig vermengt ist. Hierbei sollen die Verunreinigungen des Öles rasch aus diesem in die Salzlösung übergehen. Es werden von Zeit zu Zeit Proben genommen, und wenn man die Operation für beendet hält, zieht man das Öl ab und lässt es absitzen.

Es kann auch von Zeit zu Zeit das schmutzige Salzwasser abgezogen und durch reines ersetzt werden. Für gewöhnlich ist die Anwendung von Wärme nicht empfehlenswerth, wenn aber das Öl schwer zu reinigen ist, so kann man es erwärmen, doch sollte eine Temperatur von etwa  $80^{\circ}$  nicht überschritten werden. Nach diesem Verfahren wird Öl mit weit geringeren Verlusten gereinigt als nach den gegenwärtig gebräuchlichen.

In einzelnen Fällen verwendet man statt Salzlösung durch Zusatz von Schwefelsäure stark angesäuertes Wasser und elektrolysiert, während die Mischung, wie beschrieben, durch Rühren aufrechterhalten wird. Manchmal wird das Öl weiter gereinigt, indem man es mit einer Ätznatronlösung bei einer Temperatur von etwa  $70^{\circ}$  wäscht. Das Verfahren soll auch mit Vortheil bei vielen anderen Ölen benutzt werden, beispielsweise Rüböl, Cocosnussöl, Nussöl, Ricinusöl und anderen Ölen und Fetten.

**Elektrischer Funkenzünder** von M. Reuland (D.R.P. No. 81 069) ist gekennzeichnet durch ein rundes, aus Holz oder Papiermasse bestehendes Stäbchen, dessen die Leitungsdrähte aufnehmende Nuthen dadurch geschlossen werden, dass das Stäbchen durch eine Matrice gezogen wird.

**Aluminiumcarbid.** Nach Versuchen von H. Moissan (C. r. 119, 776 u. 935) wird im elektrischen Schmelzofen flüssige Thonerde nicht durch Kohlenstoff reducirt. Wenn aber beide Stoffe bei sehr hoher Temperatur dampfförmig zusammentreffen, so tritt Reduction zu Aluminium ein unter theilweiser Bildung von Aluminiumcarbid,  $Al_4C_3$ .

Kohlenstoff geht im elektrischen Schmelzofen durch einen Strom von 2000 Amp. und 80 V. ohne vorherige Verflüssigung aus dem festen in den dampfförmigen Zustand über. Der aus dem Dampf verdichtete Kohlenstoff ist stets Graphit. Der nach längerem Gebrauch auf den Birnen der Glühlampen infolge der Verflüchtigung des Kohlefadens sich absetzende, dunkle Beschlag besteht aus Graphit neben Siliciumkohlenstoff; ist der Faden während der Benutzung gerissen, so zeigt sich auf den freien Enden ein Überzug von Graphitkristallen, aber keine Spur von Schmelzung. Somit verflüssigt sich der Kohlenstoff weder bei gewöhnlichem Druck, noch im Vacuum.

### Brennstoffe, Feuerungen.

**Liegender Koksofen** von F. J. Collin (D.R.P. No. 80 820). Um bei dem Koksofen

nach Pat. 76 634 eine bessere Ausnutzung der Gase zu erzielen, werden statt zweier Züge  $C^2$  deren vier angebracht (Fig. 143), und zwar werden dieselben derart angeordnet, dass jeder eingeführte Gasstrom für sich ohne jede Theilung dieselben passiert. Hierdurch wird erzielt, dass die Seitenwände des Ofens an jeder kleinsten Stelle mit Gasen bespült werden. Ein weiterer Vortheil

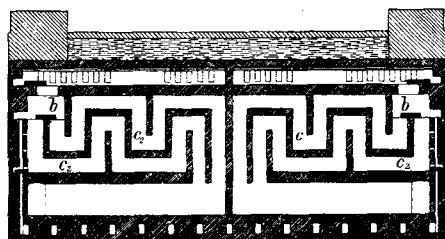


Fig. 143.

dieser Anordnung ist, dass die Ofenwände eine Stabilität erhalten, wie sie keine andere Ofenconstruction aufweisen kann. Gleichviel, ob der Ofen zur Darstellung von Koks allein oder auch zur Theer- und Ammoniakgewinnung dienen soll, wird die Einstromung der Gase mittels Schieber  $b$  nach Bedarf regulirt.

**Herstellung von Zündhölzern.** Nach E. Pohl (D.R.P. No. 80 503) wird die Behandlung der Hölzchen auf Einlegemaschinen vermieden und eine Ersparnis an Tunkrahmen dadurch erreicht, dass die Hölzchen so vorgearbeitet werden, dass sie, neben einander liegend, lange Holzstreifen bilden, welche an ihren beiden Längskanten gezahnt und quer zur Längsrichtung mit nicht bis zur Mitte des Streifens reichenden Einschnitten versehen sind, welche die einzelnen Hölzchen seitlich von einander trennen.

**Reinigung von Petroleum** geschieht nach G. Löwenberg und A. Mager (D.R.P. No. 80 908) dadurch, dass bei der Destillation die Condensate durch Sulfate allein oder in Mischung mit Chloriden geleitet werden. Verwendet werden die Chloride und Sulfate des Kaliums, Natriums, Ammoniums, Magnesiums, Baryums, Strontiums, Calciums, Aluminiums, Chroms, Eisens u. s. w. Diese Chloride und Sulfate werden in folgender Weise zur Einwirkung auf die sich aus dem Petroleum entwickelnden Gase gebracht: Das Petroleum wird aus einer metallenen Retorte destillirt. Die Condensationsproducte werden dann durch ein etwa 1 m langes Rohr geleitet, welches etwas geneigt ist und die betreffenden Sulfate

oder Chloride enthält. Die Condensationsproducte streichen über die Sulfate hin. Die Einwirkung macht sich bald bemerkbar; die Stoffe nehmen allmählich eine gelbliche bis bräunliche Färbung an. Nach beendeter Destillation stellen diese Sulfate eine bräunlich graue Masse von unangenehmem Geruche dar, aus welcher durch Auslaugen und Umkrystallisiren die Sulfate wieder in reinem Zustande gewonnen werden können. Auch hier werden für sich gesondert aufgefangen: erstens die Destillate bis  $150^{\circ}$ , dann das eigentliche Brennpetroleum und endlich die schweren Öle.

### Hüttenwesen.

Zur schnellen Feststellung des Kohlenstoffgehaltes von Eisen schattirt man nach G. W. Peipers (D.R.P. No. 80647) mit dem zu prüfenden Stahl eine Fläche auf ein helles, säurefestes Schleiftäfelchen, auf dem sich die Zeichnung ähnlich wie eine Bleischattirung deutlich hervorhebt. Die Zeichnung besteht aus einem Gemisch von grauglänzendem Eisen und dunklem Kohlenstoff. Nun taucht man das Täfelchen in ein Lösungsmittel, welches das Eisen weg schafft, so dass nur der Kohlenstoff übrig bleibt. Hierdurch erscheint eine wirkliche Kohlenerschattirung, und zwar grobkörnig dunkel, wenn viel Kohlenstoff im Eisen war, feinkörnig heller, wenn wenig darin war. Mit einer Reihe von Stäbchen aus Stahl bez. Eisen mit bekanntem Kohlenstoffgehalt macht man nun in derselben Weise vergleichende Untersuchungen. Das Auge erkennt dabei so deutlich, dass es mit Sicherheit 0,025 Proc. Unterschied im Kohlenstoffgehalt bestimmt.

Fig. 144 zeigt z. B. ein Stahlstück mit unbekanntem Kohlenstoff, sowie eine Reihe von zweckmässig abgestuften Probestäbchen, auf welchen die Kohlenstoffgehalte aufgeschlagen sind. Mit Ecken und Kanten des unbekannten Stahles reibt man nun eine Fläche auf ein Täfelchen und ebenso, wemöglich daneben, macht man es mit einigen Probestäbchen und achtet bei diesem rohen Gekritzeln nur darauf, dass schliesslich die Probeflächen gleich dunkel erscheinen. So erhält man dann eine bezeichnende Tafel, wie Fig. 145 sie zeigt. Dann taucht man das Täfelchen in ein niederes Becherglas und lässt, Zeichnung nach unten, einige Minuten lösen, bis der Eisenglanz verschwunden ist, wie Fig. 147 darstellt. Schliesslich, nachdem man etwas vorsichtig in Wasser abgespült hat, erhält man die deutliche Kohlenzeichnung. In Fig. 146

sieht man z. B., dass 0,15 Proc. Kohlenstoff nicht in Frage kommen kann, wohl aber 0,3 Proc., und da diese Zeichnung noch etwas dunkler ist, so sind es etwa 0,29 Proc., die der bisher unbekannte Stahl an Kohlenstoff enthält. Um noch schärfer zu urtheilen, kann man sich einer Lupe bedienen, durch welche man die Körnung deutlicher sehen kann; man schliesst dann bei gleich intensiver Färbung nach erkannter größerer Körnung auf etwas höheren Kohlenstoffgehalt.

Durch geeignete Wahl der Lösungsmittel kann man mit diesem Verfahren auch verschiedene Kohlenstoffformen erkennen und auf Graphit und Kohlenstoff getrennt untersuchen.

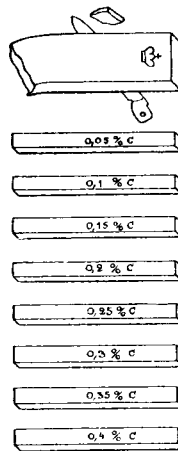


Fig. 144.

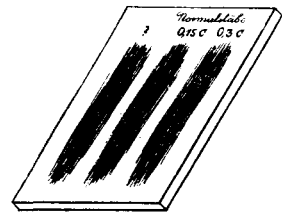


Fig. 145.

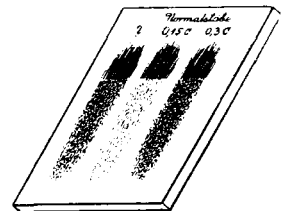


Fig. 146.

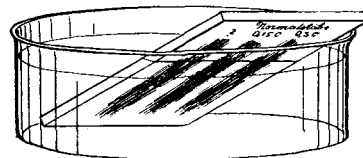


Fig. 147.

Täfelchen haben sich am besten aus Porzellan bewährt, aber auch Quarz, Mississippistein, heller Achat, mattes Hartglas u. s. w. sind zu verwenden. Als Lösungsmittel für Kohlenstoffuntersuchung nimmt man Kupferchloridchlorammonium oder Eisenchlorid, Jod in Jodkaliumwasser, verdünnte Salzsäure. Für Graphituntersuchung eignet sich Salzsäure, Schwefelsäure, Essigsäure.

Will man auf Carbit und Graphit untersuchen, so behandelt man zunächst eine Strichprobe mit Kupferchloridchlorammonium und erzielt dadurch, dass der gebundene Kohlenstoff sowohl wie der Graphit übrig bleibt. Die gleiche Probe mit Normalstäben zeigt den Gesamtgehalt an Kohlenstoff im Allgemeinen. Nun bestimmt man den Graphit durch Behandlung mit verdünnter

Schwefelsäure: Anfänglich löst sich auch nur das Eisen und das Resultat wäre dadurch das gleiche; bei etwas stärkerer Concentration und etwa nach 2 bis 3 Minuten löst sich aber auch der gebundene Kohlenstoff (Carbit) und nur Graphit bleibt übrig. Besondere graphithaltige Eisennormalstäbe geben nun durch Vergleichsprobe den Graphitgehalt direct; was dann noch an Kohlenstoffprocenten gegenüber der ersten Probe (mit Kupferchloridchlorammonium behandelt) fehlt, war Carbit, und so erhält man durch die Differenz zahlengemäss auch diesen.

Erwähnt sei noch, dass schon das Gefühl beim Probeschattiren aus einer Anzahl Normalstäben die nächstliegenden rasch auswählt, da man die Naturhärte beim Auftragen ganz gut unterscheidet.

Besonders zu empfehlen ist das Verfahren seiner Einfachheit wegen für „Schöpfproben“, welche verworfen werden, so lange sie nicht den gewünschten Kohlenstoffgehalt aufweisen. Als Vorzug des Verfahrens ist auch wohl zu beachten, dass die Probe unabhängig von der Gestalt und ohne Lädigung des Stückes und für Blöcke jedes Gewichtes den Gehalt ermittelt, und dass man an jedem Ort sich die Strichprobe rasch nehmen kann, wenn man ein Porzellantäfelchen mit sich führt.

Zur Darstellung der Alkalimetalle will J. Pfleger (D.R.P. No. 81438) den Ofen zum Destilliren der Alkalimetalle aus reiner Magnesia aufbauen, welche zu Ziegeln geformt und dann gebrannt wird. Die so gebrannte Magnesia ist im Stande, einem noch grösseren Hitzegrade zu widerstehen, als für die Destillation erforderlich ist, und da sie gegen die Dämpfe der Alkalimetalle unempfindlich ist. In der That soll bei Anwendung eines solchen aus Magnesia aufgebauten Ofens die Destillation der Alkalien und die Gewinnung ihrer Metalle auf das Glatteste und ohne jede schädliche Inanspruchnahme der Ofenconstruction verlaufen.

Aufschliessen der Thomasschlacke. Nach E. Meyer (D.R.P. No. 81329) wird die Wirkung, welche das Alkalisilicat auf die flüssige Thomasschlacke ausübt (vgl. S. 197 d. Z.), erhöht, wenn demselben gleichzeitig Stoffe beigemischt sind, welche sich leicht mit Sauerstoff vereinigen und dadurch die in der Schlacke vorhandenen höher oxydirten Verbindungen, namentlich das Eisenoxyd, in Oxydulverbindungen überführen. Als solche reducirende Zusatzmittel sind geeignet Pulver von Koks oder Schwefelmetallen, namentlich Schwefelkies oder auch Schwefelnatrium,

welches letztere häufig eine Verunreinigung des Wasserglases bildet. Der Schwefel dieser Zusätze verbindet sich mit dem Kalk der flüssigen Schlacke, während der Kohlenstoff als Kohlenoxyd entweicht. Die hierbei eintretende Verbrennungswärme steigert die Wirkung der chemischen Verbindung.

Tempern von Gussgegenständen. Um nach C. Rott (D.R.P. No. 81193) ein rasches und energisches Tempern, d. h. also Entziehung des Kohlenstoffes bei dem schmiedbaren und Temperstahlguss zu erreichen, müssen die Tempermaterialien, wie Eisenerz oder dergleichen, in innige Berührung und zu festem Anhaften an die Aussenflächen der Gussstücke gebracht und ausserdem durch loses Aufschichten in den Tempergefässen der Hitze des Temperofens ein leichteres Durchdringen derselben ermöglicht werden, wodurch die Entkohlung der Gussstücke schneller vor sich geht. Diese Umgestaltung und Beschleunigung des Temperprocesses wird dadurch erreicht, dass das Eisenerz, als Entkohlungsmittel, fein gesiebt in Wasser zu einem Brei angerührt wird und die etwas angewärmten Gussstücke darin mehrere Male eingetaucht werden, wodurch diese sich mit einer fest anhaftenden Kruste von Eisenerz bedecken, welche sodann durch Wälzen in solchem Pulver auf etwa 1 cm verstärkt wird. Nach Antrocknung dieser Kruste gichtet man die Gussstücke in Tempergefässen lose auf, so dass kleine Zwischenräume bleiben, durch welche die Hitze des Temperofens leicht durchdringen kann. Diese Gefässe werden nun, etwas angewärmt, in einen Temperofen gestellt, der bei ununterbrochenem Betrieb stets Besetzen und Entleeren gestatten muss. Ein derartiger Betrieb ist zu erreichen, wenn der Temperofen, unterhalb des Fussbodens liegend, einen von der Flamme umspülten retortenartigen Raum hat, in dem von oben Einsatzöffnungen angebracht sind, durch welche das Ausheben und Einsetzen der Tempergefässe je nach Bedarf vorgenommen werden kann. Schon eine Stunde nach dem Einsetzen ist das schwachwandige Tempergefäss mit seinem Inhalt in Glut und die Entkohlung, welche an den kleinen Flämmchen, die zu den Öffnungen des Tempergefässdeckels herausdringen, zu erkennen ist, beginnt nach kurzer Zeit. Diesen Entkohlungsprocess lässt man je nach Stärke der Gussstücke 20 bis 60 Stunden wirken, und können dann schon die Tempergefässe wieder aus dem Temperofen herausgehoben werden, um anderen Platz zu machen. Bei stärkeren Gusstheilen ist es gut, wenn das

Tempergefäß noch auf einige Stunden in einen Glühofen zum Abkühlen gebracht wird, welcher seitlich vom Temperofen angebaut sein kann und von der Abhitze desselben erwärmt wird. Schwache Theile bedürfen dies nicht, können im Glühgefäß abkühlen und schon nach 1 bis 2 Stunden ausgepackt und lieferungsfähig gemacht werden. Die Zeit- und Kostenersparniß beim Temperprocess beläuft sich auf 40 bis 50 Proc.

### Apparate.

Regulirhahn. In Heft 17 des Jahrganges 1894 der Zeitschrift für angewandte Chemie beschreibt Herr Dr. G. Nass eine einfache Vorrichtung zum Reguliren der Temperatur in Trockenkästen. Ich bediene mich schon seit einiger Zeit einer ähnlichen Vorrichtung, welche mir recht gute Dienste leistet. Dieselbe wird neuerdings fabrikmässig hergestellt und ist durch alle Handlungen für chemische, pharmaceutische u. s. w. Apparate und Utensilien zu beziehen.

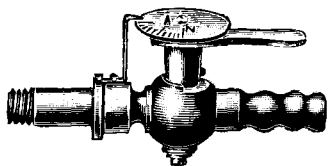


Fig. 148.

An Stelle des gewöhnlichen doppelseitigen Handgriffes an den üblichen Schlauchhähnen ist ein einseitiger Hebel angebracht, wie er sich verschiedentlich an manchen Gastheilungen befindet. Auf dem Hahnküken befindet sich eine Scala in Form einer Kreistheilung, welche sich beim Drehen des Kükens unter einem Zeiger bewegt. Mit Hilfe dieser Theilung ist man in der Lage, den Hahn, nachdem man die Stellung für eine bestimmte Temperatur ermittelt hat, sofort auf diese Temperatur einzustellen, selbstverständlich unter Voraussetzung des gleichen Gasdruckes. Dieser Hahn soll natürlich ebensowenig wie die Vorrichtung des Herrn Dr. Nass den Thermoregulator ersetzen, wohl ist man damit leicht im Stande, in einem Trockenschrank eine innerhalb der Grenze von 5° sich gleichbleibende Temperatur zu erzielen.

Sehr gute Dienste leistet dieser Hahn auch bei vergleichenden fractionirten Destillationen, man kann ohne langes Probiren dieselbe Flammenhöhe erzielen. Häufig handelt es sich darum, in derselben Zeit eine gleiche Flüssigkeitsmenge abdestilliren, ich erwähne nur die Bestimmung der flüchtigen Fettsäuren in der Butter nach Reichert-

Meissl-Wollny; in allen diesen Fällen ist es mit Hilfe dieses Hahnes leicht möglich, eine Flamme von derselben Höhe, also auch denselben Heizeffect, zu erhalten.

Dr. Georg Hausdorff.

Eiserne Drahtnetze mit Asbestdecke liefert C. Schniewindt in Neuenrode. Dieselben besitzen im Bereiche der Heizflamme eine ganz dünne, fest eingepresste Asbestschicht, welche die Drähte vor dem Rothglühendwerden und damit auch vor dem Bruchigwerden schützt. Das Wärmeleitungsvermögen dieser neuen Heizunterlage steht nur ein Geringes hinter derjenigen blanker Metallnetze zurück.

Kochkessel mit Dampfmantel von C. Postranecky (D.R.P. No. 81 119) zeichnet sich aus durch die eigenthümlich gestalteten, mit stulpenartigen Rändern versehenen Auslochungen  $o_1 o_2 o_3$  (Fig. 149) des oberen Umfanges des an dieser Stelle mit dem Innenkessel  $k_1$  abzudichtenden Aussenkessels oder Dampfmantels  $k_2$ , sowie in der Abschlussmanschette  $m$ , die ein einfaches Verfahren beim Eingiessen der abdichtenden Metalllegirung ermöglicht. Andererseits ist auch vermittels der Innenwandung der Manschette

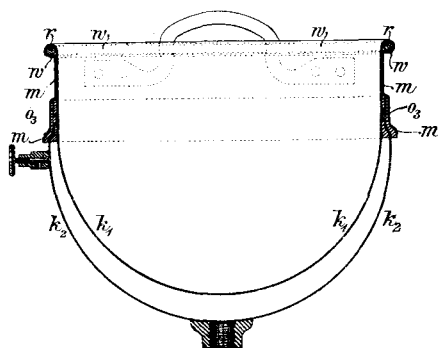


Fig. 149.

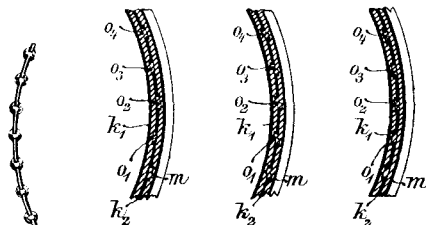


Fig. 150.

Fig. 151.

Fig. 152.

Fig. 153.

$m$ , der mit stulpenartigen Auslochungen  $o_1 o_2 o_3 \dots$  versehenen Wandungen des Dampfmantels  $k_2$ , sowie der Aussenwandung des Kessels  $k_1$  der abdichtenden Metalllegirung eine möglichst grosse Berührungsfläche geboten und eine feste und solide Verbindung



zwischen Manschette  $m$ , dem Dampfmantel  $k_2$  und Innenkessel  $k_1$  gewährleistet.

Bei der Herstellung der Abdichtung wird der Innenkessel  $k_1$  umgestürzt, also auf seinem um den Drahttring  $r$  gebördelten Rand  $w$  ruhend, auf den Boden gestellt und hierauf, auf dem Rand  $w$  aufsitzend, die Manschette  $m$  gestülpt. Auf dem ausgebauchten Rand der Manschette  $m$  lagernd, erhält der mit den stulpenartigen Auslochungen  $o_1 o_2 o_3 \dots$  versehene Dampfmantel  $k_2$  seinen Sitz. Hierauf wird in die Ausbauchung der Abschlussmanschette  $m$  die Metalllegirung eingegossen, wodurch, wie bereits bemerkt, eine innige Verbindung mit dem Innenkessel  $k_1$  erreicht wird.

Eine Lösung dieser Verbindung geschieht wiederum dadurch, dass man die abdichtende Metalllegirung im Feuer aufschmilzt und hierauf die Manschette  $m$  und den Dampfmantel  $k_2$  vom Innenkessel  $k_1$  abhebt.

Während Fig. 150 die bisher angewendete Nietconstruction veranschaulicht, ist in der Fig. 151 die neue Construction der dampfdichten Verbindung für Kessel mit Dampfmänteln dargestellt. Einige Abänderungen der stulpenartig gestalteten Auslochungen des oberen Theiles des Dampfmantels  $k_2$  sind noch besonders in den Fig. 152 bis 153 zur Veranschaulichung gebracht.

Vorrichtung zum Sättigen von Flüssigkeiten mit Salzen von R. Reichling (D.R.P. No. 80 538). Gefäß  $a$  (Fig. 154) hat die verschliessbare Einfüllöffnung  $m$  für das zu benutzende Salz, den Eintrittsstutzen  $n$  für die zu sättigende Flüssigkeit und im Boden ein Rohr  $d$ , durch welches die Salze nebst der zu sättigenden Flüssigkeit in den unteren Theil des Gefäßes  $a$  gelangen, während der Ausflusstutzen  $g$  für die gesättigte Flüssigkeit dicht unterhalb des Bodens der Abtheilung  $b$  liegt. Je nach der Art der Salze kann auch das Rohr  $d$  zweckentsprechend hoch über den Boden  $b$  hinausgeführt werden. Ebenso können in dem Raum  $a$  eine Anzahl beliebig geformter Abtheilungen oder auch Filter zum Absetzen der nicht gelösten Salze angeordnet sein. Die zu sättigende Flüssigkeit kann auch, wie punktirt angedeutet, bei  $t$  eingeführt werden.

Angenommen, der Sättiger sei im Betriebe und solle neu gefüllt werden, so wird die Pumpe abgestellt, und es werden die Ein- und Austrittshähne geschlossen, alsdann wird der Verschluss  $m$  gelöst und mittels des durch das Rohr  $d$  nach oben geführten Handgriffes die Ablassvorrichtung  $k$  für die nicht löslichen Salze geöffnet, so dass diese herausfallen können und die Abtheilung  $b$  geleert

wird. Nachdem  $k$  wieder verschlossen ist, füllt man die Salze durch die Öffnung  $m$  ein und verschliesst letztere wiederum, worauf die Ein- und Austrittshähne geöffnet werden und die Transportvorrichtung (die Pumpe) wieder eingestellt wird. Die Transportvorrichtung (die Pumpe) ist bei  $n$  angeschlossen. Die zu lösenden Salze gelangen von  $b$  allmählich nach dem Boden von  $a$ , werden hier von der durch die Pumpe zugeführten Flüssigkeit ausgelaugt, welche letztere dann behufs Absetzens der ungelösten Theile in dem Behälter  $a$  langsam aufwärts steigt und hierbei vielleicht noch mehrere eingesetzte Kammern bez. Filter passiert. Die gesättigte Flüssigkeit tritt dann nahe unter dem Boden  $b$  bei  $g$  aus und kann beliebig weiter geleitet werden.

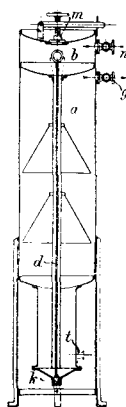


Fig. 154.

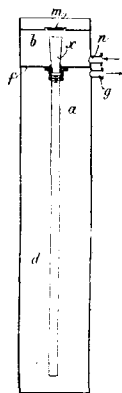


Fig. 155.

Um bei schwer löslichen Salzen dem Wasser Gelegenheit zu geben, zweimal die aufzulösenden Salze zu bestreichen, kann oben in das Mittelrohr  $d$  (Fig. 155) ein Trichter  $x$  eingesetzt werden. Die zu lösenden Salze werden wiederum in den Raum  $b$  eingebracht. Der Trichter ist so hoch, dass die Hälfte der auszulaugenden Salze im Raum zurückgehalten wird. Das bei  $n$  eintretende Wasser bespült nun zunächst die Salze im Raum  $b$ , geht dann durch das Rohr  $g$  nach unten und tritt nochmals durch die dort lagernden Salze behufs Sättigung, worauf es den Sättiger durch  $g$  verlässt.

### Unorganische Stoffe.

Concentrationsapparat für Schwefelsäure von J. Levinstein (D.R.P. No. 80 623) bezweckt eine getrennte Abführung der aus den Concentrationsgefäßen entweichenden, vorwiegend aus Wasser bestehenden Dämpfe und der schweren Schwefelsäuredämpfe. Dies wird dadurch erreicht, dass ausser aus der terrassenförmigen Concentrationscolonne bis zu gleichem Niveau sich er-

hebenden und für die aufsteigenden Wasserdämpfe bestimmten Verticalrohren noch eine Saugvorrichtung angeordnet ist, durch welche die tiefer gelagerten Säuredämpfe in die Vorlage gesaugt und in concentrirter kalter Schwefelsäure (am besten der aus der Colonne continuirlich abfließenden und in der Vorlage stark gekühlten Säure) condensirt werden. Da die Säuredämpfe nicht wieder, wie bei den bekannten Concentrationsapparaten, durch Mischung mit den Wasserdämpfen verdünnt werden, so wird die zur Eindampfung der bisher erhaltenen verdünnten Säure erforderliche Wärmemenge bei vorliegendem Apparat gespart. Durch die Condensation der (praktisch genommen, wasserfreien) Säuredämpfe in concentrirter Säure wird der Concentrationsgrad der letzteren, trotz Anwendung gleicher Temperaturen, bedeutend erhöht.

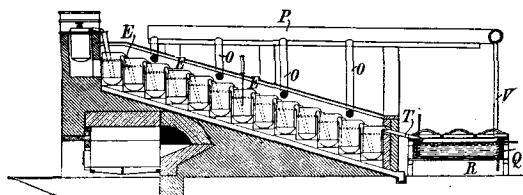


Fig. 156.

Die sich aus der Säure entwickelnden Wasserdämpfe steigen von den Gefäßen  $E$  (Fig. 156) aus durch die Verticalrohre  $O$  in das Horizontalrohr  $P$ , in welchem sie condensirt oder eventuell in einen Condensationsturm geleitet werden. Die schweren wasserfreien Säuredämpfe dagegen gelangen durch die Wirkung einer durch Rohre  $P$  und  $V$  mit der Vorlage (Condensator)  $R$  verbundenen Saugvorrichtung durch das Rohr  $T$  mit der concentrirten Säure in die auf irgend eine Weise gut gekühlte Vorlage. Letztere besteht z. B. aus einem Gefäß  $Q$ , welches von einem Mantelgefäß mit Kühlwasser umgeben ist und vor Einleitung des Processes mit kalter concentrirter Säure gefüllt wird.

Zur Herstellung von Rhodanverbindungen sollen nach British Cyanides Company (D.R.P. No. 81116) Schwefelkohlenstoff und Ammoniak nur in Gegenwart einer Base, wie Kalk u. dgl., in Form des Oxyds, Hydroxyds oder Sulfids und unter Fortfall des Oxydationsmittels zur gegenseitigen Einwirkung gebracht werden.

Zur Ausführung dieses Verfahrens dient ein eiserner Autoclav mit Rührwerk und Dampfmantel. Der Autoclav ist überdies so eingerichtet, dass er rasch abgekühlt werden kann, z. B. indem man kaltes Wasser statt

Dampf durch den Mantel strömen lässt. Der Autoclav wird zuvörderst mit 17,5 bis 18,5 Th. Ammoniak beschickt, am besten in Form einer 7 bis 15proc. wässerigen Lösung, hierzu kommen 101 bis 102 Th. von 72 bis 75proc. gesiebten Kalkhydrat, das man unter beständigem Rühren hinzufügt. Nachdem diese beiden gründlich miteinander vermengt sind, werden etwa 76 Th. Schwefelkohlenstoff hinzugegeben, der Autoclav wird nun geschlossen und unter beständigem Umrühren des Inhalts erwärmt. Wenn der Überdruck im Autoclav 1 bis 2 Atm. beträgt, wird der Dampfzulass abgesperrt. Der Druck steigt nun von selbst auf etwa 6 Atm. und fällt dann, worauf man abermals erwärmt, um die Reaction vollständig durchzuführen. Wo es durch Umstände geboten erscheint, kann statt Kalk auch Baryt, Magnesia, Strontian, Natron oder Kali, Oxyd bez. Hydroxyd benutzt werden oder deren geeignete Oxyde, und ist das Verfahren mit diesen Substanzen dasselbe. Zu beachten ist, dass in jedem Falle eine solche Menge der Base verwendet wird, als genügt, um sowohl die gesamte Rhodanwasserstoffsäure in das betreffende Rhodansalz, wie auch den Schwefelwasserstoff in das Sulfhydrat umzuwandeln. Man erhält eine Lösung von Rhodansalz und Sulfhydrat. Diese behandelt man nun mit Kohlensäure, wodurch mittels Wechsellagerung die Sulfhydrate in kohlensaure Verbindungen verwandelt werden.

Zu diesem Zwecke führt man die Lösung in passende Behälter über zur Behandlung mit Kohlensäure. Die billigste und bequemste Form der letzteren sind die Ofengase der Kalkbrennerei, die sich für vorliegenden Zweck sehr gut eignen. Bei dieser Behandlung entwickelt sich Schwefelwasserstoff und wird entweder zu Schwefligsäureanhydrid ( $\text{SO}_2$ ) verbrannt, um diese herzustellen, oder man gewinnt daraus Schwefel nach irgend einem passenden Verfahren. Das entstehende unlösliche Carbonat trennt man von der Rhodansalzlösung durch Filtriren und Waschen.

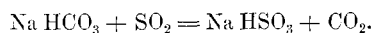
Hat man Rhodannatrium oder Rhodankalium erzeugt, so muss die Lösung nach Behandlung mit Kohlensäure eingedampft werden und scheidet sich das kohlensaure Salz dann mit Leichtigkeit aus. Das in der Lösung befindliche freie Ammoniak (etwa 5 Proc. des Gesamtquantums) kann durch Destilliren mit Kalk oder einem kautischen Alkali wiedergewonnen werden. Natron und Kali verhalten sich ähnlich wie die alkalischen Erden. Will man aber Rhodanalkalien erzeugen, so ist es bequemer, zuerst Rhodancalcium herzustellen und dieses

mit kohlensaurem oder schwefelsaurem Natron bez. Kali zu behandeln.

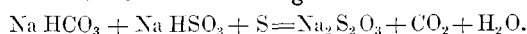
Melasse-Endlaugen werden nach E. Meyer (D.R.P. No. 81 341) mit einem Überschuss von Thonerdephosphat gemischt und hierdurch in einen Zustand versetzt, welcher ihre ungestörte Verkohlung in fort-dauerndem Betriebe ermöglicht, indem Schäumen und Übersteigen vermieden wird. Das hierbei als Glührückstand entstehende Alkalialuminatphosphat kann ebenso wie das Thonerdephosphatmineral mit Melasse gemischt und behufs Verkohlung derselben in den Ofen gebracht werden, so lange bis der Alkaligehalt nicht übermässig zunimmt. Die Mischung kann mit Maschinen geschehen, welche die Herstellung von Stücken beliebiger Form ermöglichen. Das in regelmässigem Betriebe dem Ofen entnommene Alkalialuminatphosphat findet eine Verwerthung, indem es entweder nach bekannten Methoden auf Thonerde, Kalkphosphat, Kali- und Natronphosphat u. s. w. weiter verarbeitet wird, oder direct als Düngemittel Verwerthung findet. Für die Löslichkeit der Phosphorsäure ist die Fernhaltung von Kalk erwünscht. Das in der Regel kalkfreie Thonerdephosphatmineral wird deshalb vortheilhaft mit solcher Melasse gemischt, aus welcher vor dem Eindampfen der gelöste Kalk bereits durch wässrige Melassekohlelösung (Kaliumcarbonat) ausgefällt worden ist. Die Mischung findet in dem Verhältniss statt, dass auf 1 Äq. Phosphorsäure des rohen Eisen-Thonerdephosphatminerals mindestens 4 Äq. des entstehenden Alkalicarbonats kommen, d. h. etwa auf 180 Th. Mineral 1000 Th. eingedickte Endlauge, aus welchen 320 Th. Aschenrückstand entstehen. Zu letzterem werden dann im regelrechten Betrieb etwa 36 Th. neues Phosphatmineral und 200 Th. neue Endlauge gemischt, so dass nachher 64 Th. Aschenrückstand behufs Weiterverwerthung entnommen werden können.

Alkalithiosulfat. Wird nach E. Sidler (D.R.P. No. 81 347) ein trockenes Gemenge von Alkalisulfid mit Schwefel in einer inerten Gasatmosphäre, z. B. im Kohlensäurestrom, auf etwa 120 bis 130° erhitzt, so tritt eine Einwirkung des Schwefels auf das trockene Alkalisulfid ein, derart, dass letzteres in Alkalithiosulfat verwandelt wird. Angeblich eignet sich besonders eine Ausführungsform, bei welcher das Alkalisulfid nach Pat. 80 390 gewonnen wird, da in diesem Falle am sichersten jede sonst leicht eintretende Oxydation des Zwischen- und Endproductes vermieden wird. Als Aus-

gangsproduct dient bei dieser besonderen Ausführungsform des vorliegenden Verfahrens z. B. trockenes Natriumbicarbonat, welches in einem Strome von schwefliger Säure sich leicht in Natriumbisulfid verwandelt:



Das auf diesem Wege erhaltene hochprocentige Natriumbisulfid wird mit einer entsprechenden Menge von Natriumbicarbonat und Schwefelblumen vermennt und in einem trockenen Kohlensäurestrom erhitzt. Die den Mengenverhältnissen entsprechende Reaction erklärt die folgende Formel:



Bei langsam zunehmender Temperatur wirkt vorerst das Natriumbisulfid auf das Natriumbicarbonat ein und bildet neutrales Natriumsulfid, während Kohlensäure und Wasser entweichen. Die Temperatur von 100 bis 105° genügt, um ein inniges trockenes Gemenge von Natriumsulfid und Schwefel zu erhalten. Wird die Temperatur nun auf 120 bis 130° erhöht, so tritt die Einwirkung des Schwefels auf das trockene Natriumsulfid ein und verwandelt das letztere in Thiosulfat. Das im Kohlensäurestrom erkaltete trockene Natriumthiosulfat stellt ein gelbliches Pulver dar, dessen wässrige Lösung nach erfolgter Filtration zur Krystallisation bereit ist. Aus dieser Lösung krystallisirt das Natriumthiosulfat mit grösster Reinheit bei reichlichster Ausbeute.

Kammer zur Herstellung von Bleiweiss nach holländischer Methode von J. V. Walton (D.R.P. No. 80 389) ist gekennzeichnet durch in verschiedenen Etagen angebrachte, gleichzeitig die Laufschiene eines Wagens und die Unterstützung für die die Bleitöpfe aufnehmenden Roste bildende horizontale Trägerreihen und auf die Träger aufzulegende, die Lohbeete tragende Bretter, welche die Kammer in einzelne Etagen theilen, durch welche die Luft mittels in den Wandungen angeordneter Kanäle zickzackförmig hindurchgeführt werden kann.

Herstellung von Chlorkalk bespricht kurz R. Hasenclever (Z. deutsch. Ing. 1895, 352). Bisher wurde der Chlorkalk in Kammern von 1,5 m Höhe und rd. 30 bis 50 qm Grundfläche hergestellt. Auf der Bodenfläche war der Kalk 8 bis 10 cm hoch ausgebreitet; das Chlorgas wurde in die Mitte der Kammer von oben eingeleitet und durch den Kalk absorbiert. Sowohl das Füllen der Kammern mit Kalk als auch das Entleeren des fertigen Productes hatte man-

che Übelstände für die Arbeiter im Gefolge, welche besonders durch den Staub litten. Dieser Übelstand wird beseitigt, wenn man den Kalk in Trichter einfüllt und den Chlorkalk im mechanischen Apparate fabricirt, welcher aus 4 über einander gelegten gusseisernen Röhren von 50 cm Dmr. und 4 m Länge besteht. Die Röhren sind inwendig mit Förderschnecken versehen, sodass der Kalk bez. der Chlorkalk von oben nach unten in die Röhren geschafft wird. Das Chlorgas strömt in steigender Richtung durch die Röhren, und es tritt unten ein fertiger Chlorkalk aus, während das fast absorbirte Chlorgas in den oberen Röhren vom frischen Kalk aufgenommen werden kann. Ein System von 4 Röhren fabricirt in 24 Stunden etwa 1000 k Chlorkalk.

### Farbstoffe.

Gemischten Disazofarbstoff erhalten die Farbenfabriken vorm. Fr. Bayer & Co. (D.R.P. No. 81 036) aus m-Nitrotolidin.

**Patentanspruch:** Verfahren zur Darstellung eines gemischten Disazofarbstoffes mit Hülfe von Mononitrotolidin ( $\text{NH}_2 : \text{NO}_2 = 1 : 3$ ), darin bestehend, dass man die Tetrazoverbindung der genannten Diamidbase nach dem Verfahren der Patente No. 44797 bez. 72867 zuerst mit 1. Mol. Salicylsäure combinirt und auf das erhaltene Zwischenproduct 1 Mol.  $\alpha_1$ -Naphthol- $\alpha_2$ -monosulfosäure (Nevile-Winther) einwirken lässt.

Fuchsinrother Azofarbstoff derselben Farbenfabriken (D.R.P. No. 81 152).

**Patentanspruch:** Neuerung in dem Verfahren des Patentes No. 54116 und der Zusätze desselben zur Darstellung fuchsinrother Azofarbstoffe, darin bestehend, dass man an Stelle der dort verwendeten Diazoverbindungen hier die Diazoprodukte von p-Amidobenzophenon, p-Amidobenzoesäuremethylester, p-Amidobenzoesäureäthylester, p-Amidobenzoesäurebenzylester, p-Amidobenzamid bez. p-Amidobenzanilid mit  $\alpha_1 \alpha_4$ -Dioxynaphthalin- $\alpha_2$ -monosulfosäure bez.  $\alpha_1 \alpha_4$ -Dioxynaphthalin- $\alpha_2 \beta_1$ -disulfosäure kuppelt.

Constitution des Fuchsin. Loth. Meyer (Ber. deutsch. G. 1895, 519) berichtet kurz über noch nicht abgeschlossene Versuche.

### Patentanmeldungen.

Klasse:

(R. A. 2. Mai 1895.)

12. D. 6559. Aufschliessen sauerstoffhaltiger Chrom-, Mangan- und Zinnerze. — Deutsche Solvay-Werke, Bernburg. 9. 10. 94.
- F. 7005. Darstellung von nitrirten Azokörpern aus aromatischen Nitroaminen. — Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co., Elberfeld. 19. 8. 93.
- G. 9327. Darstellung von Alkalisuperoxyd bez. Erdalkalisuperoxyd. — E. de Haën, List vor Hannover. 31. 10. 94.

22. A. 3372. Darstellung von Disazofarbstoffen aus  $\alpha_1 \alpha_4$ -Amidonaphthol- $\alpha_2 \beta_1$ -disulfosäure. — Actien-Gesellschaft für Anilinfabrikation, Berlin S.O. 24. 2. 93.
- F. 7495. Darstellung von Sulfosäuren der am Azinickstoff alkylirten Eurhodine. — Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co., Elberfeld. 13. 4. 94.
- O. 2183. Darstellung brauner Polyazofarbstoffe aus Bismarckbraunsulfosäuren. — K. Oehler, Offenbach a. M. 6. 10. 94.
- O. 2187. Darstellung neuer brauner Azofarbstoffe aus Toluylendiaminsulfosäuren. — K. Oehler, Offenbach a. M. 22. 10. 94.
75. B. 16 339. Gewinnung von Ammoniak und Alkalicarbonat aus Abfalllaugen. — Offene Handelsgesellschaft in Firma H. & W. Pataky, Berlin N.W. 30. 6. 94.
- S. 8253. Vorrichtung zur Elektrolyse mit Quecksilberkathode; Zus. z. Pat. 78 906. — Alf. Sinding-Larsen, Christiania. 27. 9. 94.

(R. A. 6. Mai 1895.)

12. F. 7984. Darstellung einer Tetrasulfosäure des  $\beta$ -Dioxydinaphtylmethans. — Farbwerk Griesheim am Main, Noetzel, Istel & Co., Griesheim a. M. 18. 12. 94.
- F. 8118. Darstellung einer resorbirbaren Eisenverbindung; Zus. z. P. 77136. — Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning, Höchst a. M. 26. 2. 95.
- L. 9095. Darstellung von Phenoxacetyl-p-amidophenolderivaten; Zus. z. Anm. L. 9032. — L. Lederer, München. 17. 9. 94.
- M. 10 901. Darstellung von Eisenhämol, einer Verbindung von Blutfarbstoff mit Eisen. — E. Merck, Darmstadt. 13. 6. 94.
22. C. 5350. Herstellung von Ölfarben; Zus. z. Pat. 81 187. — S. H. Cohn, Berlin S. 14. 11. 94.
- F. 7875. Darstellung von Indigo aus Äthylendianthranilsäure. — J. Fränkel, Berlin W., u. K. Spiro, Strassburg i. E. 4. 9. 94.
40. D. 6233. Herstellung von Salpetersäure und Alkalimetall durch Elektrolyse. — J. D. Darling & H. C. L. Forrest, Philadelphia. 19. 8. 94.
- H. 13 632. Elektrolytische Gewinnung von Metallen und Chlor. — C. Hoepfner, Giessen. 23. 6. 93.
12. L. 8165. Darstellung eines Nitrosodiäthylamidokresols; Zus. z. Pat. 78 924. — A. Leonhardt & Co., Mühlheim a. M., Hess. 16. 6. 93.
22. C. 3987. Darstellung von Disazofarbstoffen aus  $\alpha_1 \alpha_4$ -Amidonaphthol- $\beta_2 \beta_4$ -disulfosäure. — Leopold Cassella & Co., Frankfurt a. M. 21. 1. 92.
- F. 7264. Darstellung von beizenfärbenden Farbstoffen aus Nitro- und Amidoanthrachinonderivaten; Zus. z. Pat. 79 768. — Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co., Elberfeld. 27. 12. 93.
- W. 10 509. Darstellung von Di- $\beta$ -naphthochinonoxyd und Hydraten desselben. — H. Wichelhaus, Berlin, N.W. 3. 12. 94.
23. Sch. 9910. Gewinnung von Parfüms aus Blüten und anderen Pflanzentheilen unter Benutzung des Geraniols als Geruchsträger. — Schimmel & Co., Leipzig. 20. 7. 94.
75. K. 12575. Darstellung von Chlor durch Elektrolyse von Salzsäure. — G. v. Knorre, Charlottenburg, u. Max Pückert, Berlin, W. 8. 2. 95.

(R. A. 10. Mai 1895.)

12. C. 5486. Reinigung von Cyanalkalien. — H. W. Crowther, The Beeches, Ch. Rossiter, Smethwick b. Birmingham u. G. St. Albright, The Elms. 25. 2. 95.
- F. 6633. Darstellung von Piperazin; Zus. z. Pat. 60 547. — Chemische Fabrik auf Actien (vorm. E. Schering), Berlin, N., Müllerstr. 170/171. 7. 3. 93.
- H. 15 322. Durchführung von Gasen durch Flüssigkeiten unter Verhinderung einer Mischung der Gase. — J. B. Hilliard, Glasgow. 27. 10. 94.
- K. 12 286. Darstellung von p-Amidobenzylalkohol. — Kalle & Co., Biebrich a. Rh. 9. 11. 94.
- W. 10 474. Darstellung von p-Amidophenolderivaten. — A. Wohl, Cölln a. E. 6. 7. 93.
22. A. 4204. Darstellung eines rothen Azofarbstoffes aus p-Amido-m-tolylbenzthiazol; Zus. z. Pat. 63 951. — Actien-Gesellschaft für Anilin-Fabrikation, Berlin, S.O. 1. 2. 95.
- C. 5065. Darstellung von Polyazofarbstoffen aus  $\gamma$ -Amidonaphtolsulfosäure. — Leopold Casella & Co., Frankfurt a. M. 28. 4. 94.
- F. 7738. Darstellung von direct ziehenden Baumwollfarbstoffen aus Diamidosulfosäuren der Benzolreihe. — Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co., Elberfeld. 19. 8. 93.