

diedampfförmigen Kohlenwasserstoffe (Benzin) durch Schütteln mit Alkohol. Bei meinen seit Jahren ausgeführten Gasanalysen versuchte ich auch, die Schwefelsäureprobe durch Alkohol zu ersetzen. Zu beachten sind dabei die Absorptionscoefficienten der Gase in Wasser und Alkohol nach R. Bunsen⁴⁾ (Propylen nach v. Than) bei 15°:

	Wasser	Alkohol
Propylen	0,237	—
Äthylen	0,162	2,883
Methan	0,039	0,483
Kohlensäure	1,002	3,199
Kohlenoxyd	0,024	0,204
Wasserstoff	0,019	0,067
Sauerstoff	0,030	0,284
Stickstoff	0,015	0,121

Demnach löst Alkohol ausser Benzol (bez. Benzin bei Luftgas) besonders Kohlensäure, ferner Äthylen und voraussichtlich noch besser Propylen. Da Kohlensäure und der etwa vorhandene Sauerstoff vorher entfernt werden, so werden also zunächst die Leuchtgasbestandtheile gelöst, welche sonst mit rauchender Schwefelsäure entfernt werden. Von den übrigen Gasen sind besonders zu berücksichtigen: Methan, Kohlenoxyd und Stickstoff. Um deren Lösung zu beschränken bez. zu verhindern, schüttelt man den absoluten Alkohol vorher mit dem gleichen Volumen Leuchtgas, welches mit wenig absolutem Alkohol behandelt war.

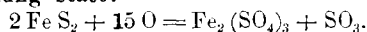
[Schluss folgt.]

Zur Bestimmung des Schwefels in Kiesen und Blenden.

Von

A. Noaillon, Chefchemiker.

Die Aufschliessung von Schwefelkiesen kann entweder auf trockenem oder nassem Wege vorgenommen werden; im letzteren Falle findet die Oxydation nach folgender Gleichung statt:



Wie man sieht, entsteht hierbei ein Mol. freier Schwefelsäure. Behufs Vertreibung der Oxyde des Stickstoffs muss bekanntlich die erhaltene Lösung zur Trockene verdampft werden. Diese Operation, welche in wissenschaftlichen Laboratorien auf dem Wasserbade vorgenommen wird, ist ziemlich langwierig, und, um Zeit zu gewinnen, wird man in technischen Laboratorien oft versucht sein, dieses Abdampfen auf dem Sandbade zu bewirken. Wie vorsichtig man auch im letzteren Falle sein mag, so wird man doch

schwer einen Verlust an Schwefelsäure vermeiden können; derselbe ist durch geeignet angestellte Versuche leicht nachzuweisen, wenn man die durch Aufschliessen auf nassem Wege erhaltene Lösung eines Kiesel auf 200° erhitzt. Dieser Verlust ist anfangs sehr bedeutend, nimmt allmählich ab und hört endlich ganz auf, sobald der Rückstand nur mehr aus $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ besteht. Um solchen Verlusten beim Erhitzen auf 200° vorzubeugen, würde es also genügen, die gebildete freie Schwefelsäure durch einen Überschuss von Eisen oder einer anderen Base, wie Kalium oder Natrium, zu sättigen.

Man könnte also das Aufschliessen mit Salpetersäure und chlorsaurem Natrium¹⁾ bewirken, welch letzteres in diesem Falle sowohl die Rolle eines Oxydationsmittels als die der sättigenden Base spielen würde.

Man verfähre daher wie folgt:

1,25 g fein gepulverter Kies wird mit einem Gemisch von 10 cc einer 30proc. Lösung von NaClO_3 und 10 cc Salpetersäure (spec. Gew. = 1,40) übergossen. Um Erhitzen zu vermeiden, stellt man den Lösungskolben in Wasser; nach einer halben Stunde ist die Oxydation vollständig, ohne dass sich Schwefel ausscheidet und fast ohne Bildung belästigender Dämpfe. Man fügt überschüssige Salzsäure zu, dampft auf dem Sandbad zur Trockne, wiederholt dies mit einer kleineren Menge Salzsäure, nimmt den Rückstand mit wenig Salzsäure auf, fügt heisses Wasser zu und versetzt schliesslich mit Ammoniak in geringem Überschuss. Man führt Lösung und Niederschlag unter Nachspülen in einen 500 cc-Kolben über, lässt erkalten, füllt bis zur Marke auf, mischt und filtrirt durch ein trockenes Faltenfilter. Vom Filtrat misst man 200 cc (= 0,5 g Kies), kocht, bis fast keine Ammoniakdämpfe mehr entweichen, übersättigt schwach mit Salzsäure und fällt mit Chlorbaryum. Auf diese Weise lässt sich das immerhin schwierige und zeitraubende Auswaschen des voluminösen Eisenhydroxydniederschlags umgehen, wobei noch zu bemerken ist, dass die Vernachlässigung des Volumens desselben auf die Genauigkeit der Resultate gar keinen merklichen Einfluss hat, wie man sich durch Rechnung leicht überzeugen kann.

Beim Aufschliessen reiner Blende (ZnS) liegt die Sache anders, da hier keine Bildung freier Schwefelsäure stattfindet. Man würde also keinen Verlust an solcher zu befürchten haben; da aber Zinkblenden des Handels stets mit anderen Sulfiden, nament-

⁴⁾ Bunsen: Gasometrische Methoden S. 384.

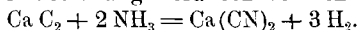
¹⁾ NaClO_3 ist infolge seiner leichteren Löslichkeit in Wasser dem KClO_3 vorzuziehen.

lich mit Schwefelkies vermischt vorkommen, wird man in allen Fällen gut thun, beim Aufschliessen auf nassem Wege einen Überschuss an Basis in Form von NaClO_3 hinzuzufügen.

Unorganische Stoffe.

Wasserdichter und schlagwetter-sicherer Überzug für Sprengpatronen. E. Mutzka (D.R.P. No. 91 731) empfiehlt als Ersatz des paraffinirten Papiers Leimverbindungen. Als Leimverbindungen, welche geeignet sind, einen Überzug für Patronen zu liefern, werden Chromleim oder die Verbindung von Leim mit Gerbsäure benutzt. Die Verwendung der Leimverbindungen kann derartig erfolgen, dass man die Masse auf Papier oder andere Stoffe aufträgt und, um sie elastischer zu gestalten, vorher mit Glycerin oder Permanentweiss oder dergl. versetzt, dann auswalzt oder biegsame Folien daraus formt. Man kann auch die gepresste Patrone direct mit einem Überzuge versehen oder die mit Sprengstoff gefüllten Papierhülsen in die oben beschriebene Mischung eintauchen und dann trocknen lassen.

Cyanverbindungen aus Carbiden. Nach N. Caro und A. Frank (D.R.P. No. 92 587) wird das frühere Verfahren (d. Z. 1896, 572) dahin abgeändert, dass statt freiem Stickstoff chemisch gebundener verwendet wird. Man kann z. B. Ammoniak in der früheren Weise über das Carbid oder ein Gemisch von Carbiden oder von Carbid mit Alkalien (Oxyd, Hydroxyd, Carbonat) leiten. Es bildet sich Cyanid, wobei Ammoniak in seine Bestandtheile Stickstoff und Wasserstoff zerlegt wird. Das aus dem Erhitzungsbehälter (Rohr, Retorte) entweichende Gas ist fast reines Wasserstoffgas, das für sich aufgefangen und beliebig verwendet werden kann. Die Reaction lässt sich durch folgende Gleichung veranschaulichen:

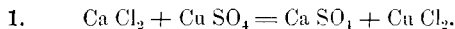


Wendet man z. B. Stickoxyde an, so wird der aus den Stickoxyden abgespaltene Sauerstoff auf einen Theil des angewendeten Carbides oder etwaige Beimengungen oxydirend wirken. Bei der Anwendung des chemisch gebundenen Stickstoffes wird also durch den status nascens des Stickstoffes die ebenfalls die Cyanbildung anregende Gegenwart des Wasserdampfes ersetzt.

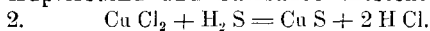
Salzsäure aus Chlorcalciumlaugen. Das Verfahren von K. Jung und B. Steuer

(D.R.P. No. 91 205) bezweckt die Wiedergewinnung des Chlors aus den Chlorcalciumlaugen, die sich bei der Ammoniaksodafabrikation als Abfallproduct ergeben. Seine Theorie ist folgende:

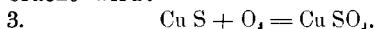
Die Chlorcalciumlaugen werden mit Kupfersulfat versetzt, wobei sich folgender Process abwickelt.



In die entstandene Kupferchloridlösung wird Schwefelwasserstoff eingeleitet, wodurch Kupfersulfid und Salzsäure entsteht:

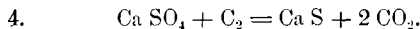


Das entstandene Schwefelkupfer wird durch Liegenlassen an der Luft oxydirt, was durch folgende Gleichung zum Ausdruck gebracht wird:



Das auf diese Weise entstandene Kupfersulfat wird wieder zu einer neuen Menge Chlorcalciumlauge zugesetzt.

Der zur Ausfällung des Schwefelkupfers nöthige Schwefelwasserstoff wird aus dem nach Gleichung 1 entstandenen schwefelsauren Kalk hergestellt, und zwar durch Glühen mit Kohle:



Das entstandene Schwefelcalcium wird nach dem Verfahren von Chance-Claus auf Schwefelwasserstoff verarbeitet.

Wie durch Fig. 112 bis 115 veranschaulicht, werden die aus dem Vacuumfilter abfliessenden Chlorcalciumlaugen in einen Sumpf *S* hineinfließen gelassen, von wo aus sie durch eine Pumpe *P* in die Eindampfpfanne *E* aufgepumpt werden. Die Eindampfpfannen werden in dem zur Herstellung von Schwefelcalcium verwendeten Ofen *R*₁, der eine ähnliche Einrichtung wie der englische Sodaofen besitzt, untergebracht. Das Eindampfen soll möglichst weit getrieben werden, jedoch nicht so weit, dass die Laugen dickflüssig werden. Während des Eindampfens muss beständig Lauge zufließen gelassen werden. Ist die entsprechende Concentration erreicht, so lässt man die Lauge aus den Pfannen durch seitlich angebrachte Hähne *o* in ein Bassin *S*₁ fließen, von wo aus sie durch eine Pumpe *P*₁ in einen grossen Bottich *B*, der vorthellhaft denselben Fassungsraum wie eine Eindampfpfanne besitzt, eingepumpt wird. Dieser Holzbottich ist auf einem erhöhten Gerüste aufgestellt. Er besitzt z. B. vier Hähne *r*, die seitlich angebracht sind und in je einen kleineren Bottich *a*₁ bis *a*₄ münden. Diese vier kleinen Bottiche stehen auf demselben Gerüste, wie der grosse Behälter *B*, auf Traversen auf und sind ebenfalls aus Holz hergestellt; jeder von ihnen hat folgende Einrichtung: Knapp über dem