

Patentanmeldungen.

Klasse:

(R. A. 20. Mai 1897.)

12. B. 19 472. Darstellung von **Harnsäure** und ihren Alkyl-derivaten aus den entsprechenden Pseudoharnsäuren. — C. F. Böhringer & Söhne, Waldhof b. Mannheim. 7. 8. 96.
- B. 19 938. Anreicherung des **Thoroxyd**gehalts von daran armen Monazitsanden. — W. Buddens, Berlin NW. 23. 11. 96.
- T. 5014. Herstellung von säurefesten, widerstandsfähigen **Gefässen**. — J. Marx, Berleburg. 27. 6. 96.
- T. 5054. Gewinnung reiner **Kohlensäure** aus Gasgemischen. — R. Thalwitzer, Nürnberg. 1. 8. 96.
22. F. 9249. Darstellung eines blauen **Thiazinfarbstoffs**. — Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning, Höchst a. M. 29. 7. 96.
40. H. 18 400. Röstreactionsverfahren für **Schwefelbleierz**. — Th. Huntington u. F. Heberlein, Pertusola b. Specia. 27. 2. 97.

(R. A. 24. Mai 1897.)

12. F. 8439. Darstellung von haltbaren Diazo- und **Polyazosalzen** der Naphtalindisulfosäuren; Zus. z. Pat. 81039. — Fabriques de Produits Chimiques de Thann et de Mulhouse, Thann i. Els. 25. 7. 94.
22. G. 11 367. Darstellung alkalischer blaugrüner **Farbstoffe** der Malachitgrünreihe; Zus. z. Anm. G. 11 175. — Joh. Rud. Geigy & Co., Basel. 29. 3. 97.
- Sch. 11 414. Herstellung wetterfester **Malfarben**. — C. C. Schirm u. O. Lessing, Berlin W. 7. 3. 96.
75. B. 20 649. **Alkalinitrit** aus Alkalinitrat mittels Eisen. — Balzer & Co., Grünau b. Berlin. 13. 4. 97.
78. C. 6365. **Sprengstoff** aus Ammoniumperchlorat und brennbaren Stoffen. — O. Fr. Carlson, Stockholm. 22. 9. 96.
- R. 10 487. Herstellung stabiler Schiess- und **Sprengpulver**. — St. J. von Romocki, Berlin W. 11. 8. 96.

Verein deutscher Chemiker.

Sitzungsberichte der Bezirksvereine.

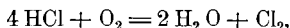
Rheinisch-Westfälischer Bezirksverein.

Fünfte Monatssitzung am 18. Mai 1897 in Dortmund. Vorsitzender Dr. Karl Goldschmidt-Essen eröffnet um 6 Uhr die Sitzung. Nach Besprechung einiger geschäftlicher Mittheilungen folgte der Vortrag von **Gustav Rauter**:

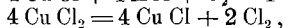
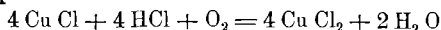
Die Chlordarstellung aus Salpetersäure und Salzsäure.

In den letzten Jahren hat sich die Zahl der Veröffentlichungen über Prozesse bedeutend vermehrt, die darauf abzielen, Chlor aus Salzsäure mit Hilfe von Salpetersäure darzustellen, und die ebenso wie das Deacon'sche Verfahren den ganzen Chlorgehalt der Salzsäure nutzbar machen wollen.

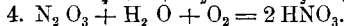
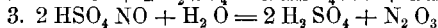
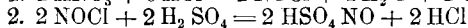
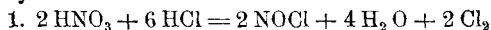
Bei beiden lässt sich die Summe der in ihnen stattfindenden Vorgänge durch folgende Gleichung ausdrücken:



aber während Deacon Kupferchlorür benutzt, um das Chlor aus der Salzsäure abzuspalten:



dient bei diesen Processen Salpetersäure als Oxydationsmittel:



Über einige Verfahren dieser Gruppe haben Lunge und Pelet (d. Z. 1895, 3) ausführliche Untersuchungen angestellt; wir wollen uns hier hauptsächlich mit dem seitdem erst bekannt gewordenen des Vereins chemischer Fabriken (D.R.P. 78 348 und 86 976; d. Z. 1895, 29; 1896, 446) beschäftigen, das einen sehr schätzenswerthen Bei-

trag zur Lösung dieser Aufgabe bildet und jedenfalls äusserst sorgsam durchgearbeitet ist.

Bei diesem Prozesse findet ein Kreislauf der Flüssigkeiten im Wesentlichen in der Art statt, dass die nach Gleichung 4 entstehende Salpetersäure, die stark mit überschüssigem Wasser verdünnt ist, zum Denitriren der nach 2 erhaltenen Nitrose benutzt wird. Das sich hierbei ergebende Gemisch von verdünnter Schwefel- und Salpetersäure wird nach Gleichung 1 zum Zersetzen der Salzsäure verwendet, wobei dann die Schwefelsäure als wasserbindendes Mittel wirkt, während die Salpetersäure zerlegt wird. Es fliesst also nur verdünnte Schwefelsäure aus, die allerdings Salzsäure und noch etwas Stickstoffverbindungen enthält. Dem bei diesen und den verwandten Verfahren entstehenden Chlor ist nun aber noch eine gewisse Menge Salzsäure beigemischt, die durch Waschen mit Wasser entfernt werden muss. Die hierbei erhaltene Flüssigkeit wird mit der ausfliessenden verdünnten Schwefelsäure vereinigt, worauf das Gemisch auf 130° erhitzt wird. Hierdurch werden alle Stickstoffverbindungen zusammen mit der überschüssigen Salzsäure aus ihm ausgetrieben, um wieder in den Process zurückzukehren. Die so entstandene reine verdünnte Schwefelsäure wird concentrirt und dann nach Gleichung 2 wieder in Nitrose verwandelt. Diese wird vor dem Denitriren ebenfalls auf 130° erhitzt, nämlich um die in ihr enthaltenen geringen Mengen von Chlorverbindungen auszutreiben.

Es sollen nun nach der Vorschrift des Patentes auf 63 Th. H_2SO_4 , die aus der Concentration entnommen werden, 27 Th. Wasser in die Apparate gelangen, in denen

die Reactionen 3 und 4 stattfinden. Von diesem Wasser wird zwar ein Theil chemisch gebunden, aber nur halb so viel, wie nach Gleichung 1 frei wird, so dass zusammen mit der beim Waschen des Chlors erhaltenen verdünnten Salzsäure bedeutend mehr Wasser in die Schwefelsäure gelangt, als diesen 27 Th. entspricht. Nehmen wir an, wir verwendeten diese 63 Th. H_2SO_4 in Form von Schwefelsäure vom spec. Gew. 1,71, so hat diese 78 Proc. H_2SO_4 . Wir müssen also 81 Th. davon nehmen und erhalten daraus durch die Verdünnung mit 27 Th. Wasser eine 50proc. Schwefelsäure vom Siedepunkte 136° . Der wirkliche Siedepunkt der entstehenden Säure liegt aber bei ihrer grösseren Verdünnung noch tiefer, so dass es jedenfalls ausgeschlossen ist, diesen Apparat mit Säure vom spec. Gew. 1,71 zu speisen, da ja die gesammte verdünnte Säure auf 130° erhitzt werden muss, ohne dass sie Wasser verliert. Wir müssen etwa 92proc. Säure auffliessen lassen, die mit Wasser in dem vorgeschriebenen Verhältniss gemischt eine Säure von 66 Proc. H_2SO_4 , 1,57 spec. Gew. und 159° Siedepunkt ergibt. Jedenfalls wird durch die Nothwendigkeit, all diese Säure auf eine solche Stärke wieder eindampfen zu müssen, der Process ziemlich kostspielig werden. Ausserdem wird die zweimalige Erhitzung der gesammten in diesem Betriebe umlaufenden Schwefelsäure auf 130° bedeutende Schwierigkeiten machen, besonders da eine Concentration dabei nicht stattfinden darf; denn sonst würde das entweichende Wasser mit den freiwerdenden Gasen zugleich in den Process zurückkehren und ihn auf die Dauer unmöglich machen.

Als Salzsäurequelle sind Sulfatöfen vorgesehen, doch wird es schwierig sein, hiermit einen genügend regelmässigen Gasstrom zu erzielen, und man wird wohl durch Vergasung wässriger Salzsäure, etwa nach dem Verfahren der Chemischen Fabrik Rhenania (D.R.P.

48 280; d. Z. 1889, 526) dafür Sorge tragen müssen. Bei diesem fliessen 550 Th. Schwefelsäure von 1,71 spec. Gew. mit 100 Th. Salzsäure von 1,16 spec. Gew. zusammen; die Reaction wird durch Einblasen von Luft vollendet. Die abfliessende Schwefelsäure von 1,61 spec. Gew. muss dann wieder concentrirt werden.

Das entweichende Chlor ist feucht und mit Luft verdünnt; soll es getrocknet werden, so muss man es einen Waschturm mit Schwefelsäure durchstreichen lassen, wodurch sich dann die Menge der zu concentrirenden Säure noch weiter vermehren wird. Seine Verdünnung mit Luft bildet für die Chlorkalkdarstellung kein Hinderniss; man muss dann eben mit mechanischen Apparaten arbeiten. Hinter den Absorptionsgefässen für Chlor ist ein Ventilator anzubringen, der im Verein mit der bei der Salzsäurevergasung eingeblasenen Luft dazu dient, den Gasstrom durch die ganze Apparatenreihe hindurchzuleiten, so dass im ersten Theile davon Druck, im zweiten Zug herrscht.

Verluste an Salpetersäure werden bei diesem Verfahren ebenso wenig zu vermeiden sein, wie bei der Gewinnung der Schwefelsäure, und auch wohl eine ähnliche Rolle spielen, wie dort.

Bei der bevorstehenden allgemeinen Vervollkommnung und Verbreitung der elektrolytischen Verfahren zur Zersetzung der Chloride werden wir jedenfalls in nicht zu langer Zeit eine derart gesteigerte Chlorerzeugung haben, dass sich schon jetzt die Anlage kostspieliger Werke eigens für die Gewinnung von Chlor kaum mehr lohnen wird. Es haben deshalb auch alle hierher gehörigen neuen Verfahren, selbst wenn sie unter den gegenwärtigen Verhältnissen sich noch rentiren würden, nur mehr ein theoretisches Interesse, zumal wenn sie einen derartig complicirten Process darstellen, wie das besprochene und die ihm verwandten.

Zum Mitgliederverzeichniss.

Als Mitglieder des Vereins deutscher Chemiker werden vorgeschlagen:

- Dr. **Fritz Günther**, Betriebsführer der „Union“ Fabrik chemischer Producte, Grabow bei Stettin (durch Dr. Klippert).
 Dr. **O. Koch**, Chemiker der Consolidirten Alkaliwerke Westeregeln in Westeregeln (durch Dr. Wense).
 Dr. **Rich. Loewenthal**, Kgl. höhere Webeschule Cottbus (durch Dr. R. Henriques).
 Dr. **Ferd. Reuter**, Chemiker der Gelsenkirchener Bergw.-Act.-Ges., Gelsenkirchen (durch Dr. W. Wielandt). R.-W.

Gesamtzahl der Mitglieder 1338.

Der Vorstand.