

Seidel hat ausserdem ein Verfahren ausgearbeitet, die Ablauge zum Beizen von Schafwolle zu verwenden. Wie bereits bemerkt, enthält dieselbe vorzugsweise ligninsulfosauren Kalk, d. h. ein Salz einer organischen Säure, welche starke Reductionswirkungen zeigt. Diese Säure ist im Stande, die bisher gebräuchlichen Beizmittel, Milchsäure und Weinsteinsäure, zu ersetzen, indem hier dieselben Verhältnisse obwalten, wie z. B. bei Anwendung der Weinsäure. Unsere gebräuchlichen Beizmittel sind in erster Linie organisch-saure Salze und ausserdem Reductionsmittel. Unsere Ablauge, concentrirte Lauge, der Trockenrückstand, die Alkoholfällung, die Aussalzproducte und endlich der ligninsulfosaure Kalk beizen sämmtlich, der letztere als Hauptbestandtheil der genannten Producte erfüllt eben die oben genannten Bedingungen, er ist ein organisch-saures Salz und zugleich ein kräftiges Reductionsmittel.

Die in der Ablauge enthaltene schweflige Säure ist beim Beizen nicht, wie mancher glauben könnte, von Bedeutung, was sich daraus ergibt, dass die durch Eindampfen mit Salzsäure von der schwefligen Säure befreite Lauge ebenfalls sehr gut beizt, und dass ferner nicht alle Laugen gleich günstig wirken und gerade jene sich als schlecht erweisen, welche viel schweflige Säure enthalten. Chromsäure z. B. wird bei Anwesenheit von viel schwefliger Säure zu rasch reducirt und fällt ungleichmässig auf die Faser, wodurch die Färbung unegal wird.

Es zeigte sich, dass verschiedene Laugen verschieden beizen, eine Erscheinung, deren Ursache bisher noch nicht erforscht werden konnte. Am besten eigne sich daher nicht die ursprüngliche Ablauge, sondern ein Product, welches daraus nach einem bestimmten (vom Vortragenden nicht näher beschriebenen) Reinigungsverfahren hergestellt werde und unter dem Namen „Lignorosin“ jetzt bereits in den Handel kommt. Das betreffende Verfahren sei in einigen Staaten bereits patentirt,

Die Färbungen auf Wolle, welche mit Lignorosin gebeizt wurde, haben sich den übrigen Färbungen als gleichwertig erwiesen. Die erwähnten Grundbedingungen sind ja dieselben. Ferner sei auch die Ausnutzung des Chromkalis eine viel bessere als bei Verwendung von Weinsteinsäure; während nämlich im letzteren Falle 40 Proc. des färbenden Materials verloren gehen, soll der Verlust bei Anwendung von Lignorosin fast Null sein. Milchsäure habe zwar auch sehr geringe Verluste, sie wirke aber zu rasch und lebhaft als Reductionsmittel, während die Lauge sehr langsam reducirt, wodurch

die Färbungen der Wolle sehr gleichmässig werden.

Vor Weinsteinsäure und vor der Milchsäure hat die Lauge ausser der grossen Billigkeit noch den Vortheil, dass die Farbnüancen bei gleicher Farbstoffmenge intensiver und lebhafter werden. Das Lebhafterwerden erklärt sich durch den Kalkgehalt des Präparates, indem eine Lackbildung eintritt, bei welcher bekanntlich der Kalk eine wesentliche Rolle spielt.

Die Praxis theilt ferner mit, dass die Echtheit der mit Lignorosin erzeugten Färbungen eine sehr grosse sei, weil die Reduction sehr langsam stattfindet. Auch die Walkechtheit sei sehr gross, Hutmuppen haben eine dreistündige saure Walke sehr gut ausgehalten.

Durch dieses Verfahren sei die Ablaugenfrage allerdings noch nicht gelöst. Der Vortragende wollte nur eine möglichst erschöpfende Übersicht geben über die verschiedenen Vorschläge und Versuche, wie man bisher getrachtet habe, die Ablauge unschädlich zu machen oder, wenn möglich, zu verwerthen. Insbesondere sei es nothwendig, die chemischen Eigenschaften unserer Lauge genau zu studiren, um auf Grund dieses Studiums dann neue Verwerthungsmethoden ausfindig machen zu können. Heute wäre es allerdings schon als ein Erfolg zu bezeichnen, wenn es gelänge, die Lauge ohne Kosten verschwinden zu machen, der technische Chemiker aber müsse sich bestreben, möglichst alle Abfallproducte wieder zu verwerthen, und so hofft denn der Vortragende, dass auch für die Sulfitablauge endlich eine praktische Verwerthung gefunden werden wird.

(Schluss folgt.)

Elektrochemie.

Elektrischer Ofen für den ununterbrochenen Betrieb. Ch. S. Bradley (D.R.P. No. 98 708) verwendet ein um seine Achse 2 (Fig. 201 u. 202) drehbares Rad 1. Der Umfang des Rades hat eine ausgehöhlte halbrunde Form und ist in bestimmten Abständen mit auf einem Zapfen drehbaren Klappen 3, 3^a versehen, deren vordere Enden eine Bohrung tragen zur Aufnahme der Eisenstifte 4, 4^a der Platten 5, wodurch diese Platten an dem Umfang des Rades befestigt werden. Die Verbindungsstellen der einzelnen Abschnitte können mit dünnem Eisenblech bedeckt werden, um hierdurch ein Herausfallen des gepulverten Materials zu verhindern. Zweckmässig erhält das Rad einen Durchmesser

von 4,5 m und die Ausrundung des Umfanges eine Breite von 0,5 bis 1 m. Die innere Wand des Radumfanges ist in bestimmten Zwischenräumen mit Löchern versehen zur Aufnahme von Kupferstiften 6, die mit einigen Platten des Commutators 7 mit Hülfe der Leitung 6 in Verbindung stehen. Der Commutator tritt vermöge einer Bürste 8 mit einem Pol eines elektrischen Stromerzeugers 9 in Verbindung. Der zweite Pol der Stromquelle ist mit einer Kohlen-elektrode 10 von etwa 8 cm Durchmesser verbunden. Diese Elektrode endet in eine Hülse 11, welche ein Gewinde an ihrer äusseren Fläche trägt und welche Hülse

Wänden ausgeführt, so dass das vom Rade ausgehende gepulverte Material nach einem Elevator 19 gleiten kann, der dasselbe nach dem Kasten 16 führt, von wo das Material nochmals in den Ofen geschickt wird. Zum Antrieb wird ein elektrischer Motor angewendet, dessen Achse eine Schraube ohne Ende 21 trägt, die das Schneckenrad 22 antreibt, an dessen Welle wiederum eine in das Schneckenrad 24 eingreifende Schnecke sitzt. Auf Welle 25 ist eine dritte Schnecke befestigt, welche die Bewegung auf das Schneckenrad der Radwelle überträgt. Durch diese Anordnung wird eine sehr langsame rotirende Bewegung für das Rad erreicht,

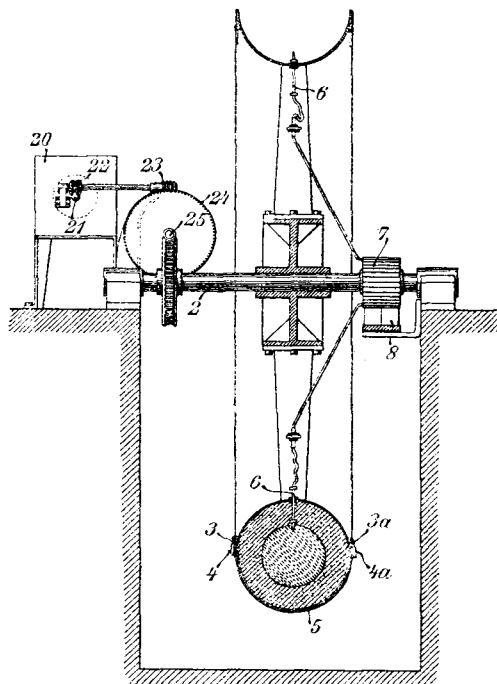


Fig. 201.

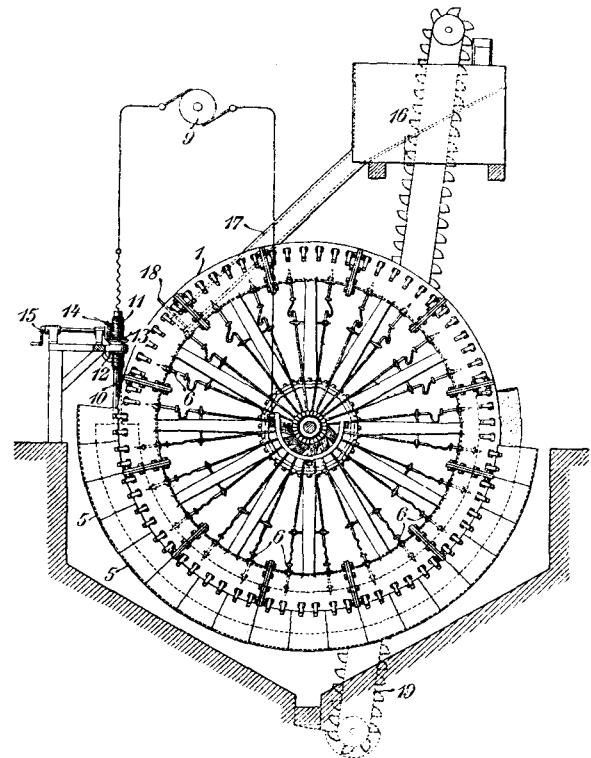


Fig. 202.

wiederum in eine zweite Hülse 12 geschraubt ist. Hülse 12 sitzt fest an dem Zahnrad 13, und greift dieses konische Rad in ein zweites konisches Rad 14, an dessen Achse die Kurbel 15 angeordnet ist, um die Elektrode zu verstellen. Die Elektrode nebst Regelungsvorrichtung befindet sich auf einem Rahmen dicht an der Radgrube, so dass die Elektrode in den Behälter eingeführt werden kann, der von dem Radrand und den Umfangsabschnitten gebildet wird. Ein Materialzuführungsbehälter 16 ist mit einer Rinne 17 versehen, die in den Radrahmen hineinführt und von einem Schieber 18 abgeschlossen wird, um die Zufuhr des Rohmaterials zu reguliren. Die Radgrube ist mit geneigten

indem eine ganze Umdrehung erst in 5 Tagen vollendet wird.

Beim Gebrauch des Ofens werden die Randabtheilungen 5 über die Radwand und somit über die Rundung des Radumfanges gehängt, worauf die Thür 18 geöffnet wird. Sofort stürzt eine geeignete Mischung von Kohlen und Kalkstaub zur Bildung von Calciumcarbid in die Behälter des Radumfanges und sammelt sich so lange an, bis die Elektrode eingeführt wird. Der Strom der Dynamomaschine wird hierauf geschlossen und der Drehmotor angelassen. Je weiter das Rad sich dreht, um so weiter entfernen sich die einzelnen Kammern des Radumfanges und kühlten sich die Masse allmählich wieder

ab, während sie noch innerhalb der Kammern eingeschlossen ist, indem sich die feuerbeständigen Theile setzen und auf diese Weise einen Boden für den flüssigen Theil bilden. Auf diese Weise findet eine ununterbrochene Herstellung des gewünschten Materials statt, indem die vollen Umlangsabschnitte von einem Arbeiter geleert und durch neue ersetzt werden.

Hüttenwesen.

Gewinnung von Nickel aus Nickelcarbonyl. Nach L. Mond (D.R.P. No. 98 643) hat sich bei der Herstellung von

von Legirungen geeignet ist, werden die nickelcarbonylhältigen Gase, wie sie nach dem Pat. No. 57 320 (d. Z. 1891, 429) gewonnen werden, nicht in leere Kammern geleitet, sondern über metallisches Nickel, welches in Form von kleinem Schrot in granulirtem Zustande angewendet wird, während das Metall auf die zur Zersetzung des Carbonyls (ungefähr 200°) erforderliche Temperatur erhitzt wird. Das aus dem Carbonyl abgeschiedene Nickel überzieht das schon vorher vorhandene Schrot, welches in Folge dessen beständig an Durchmesser zunimmt. Damit die einzelnen Nickelkörner nicht mit

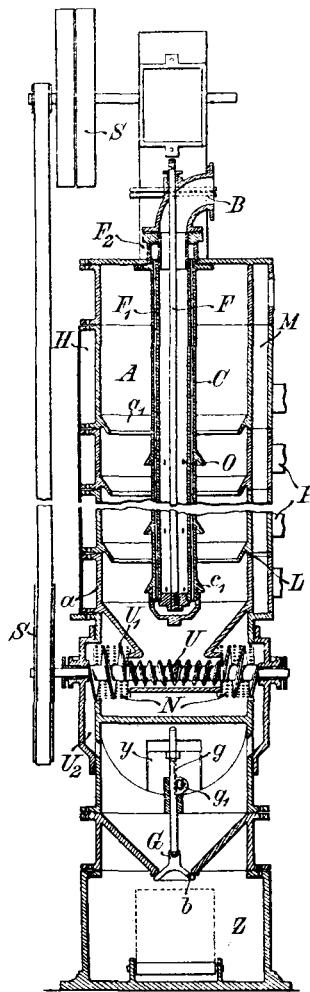


Fig. 203.

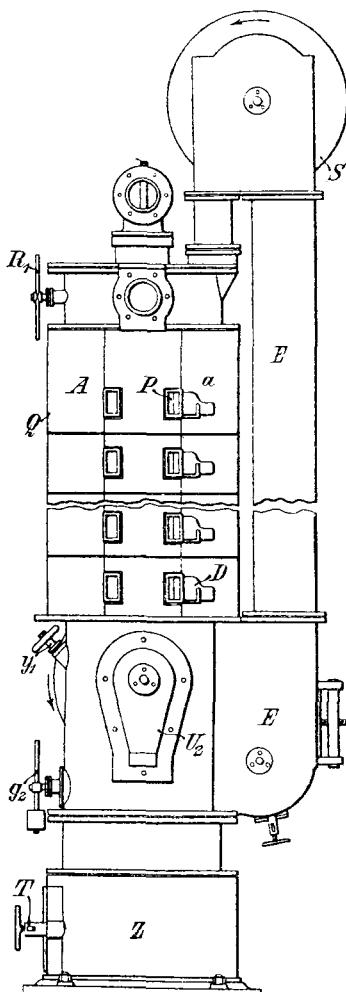


Fig. 204.

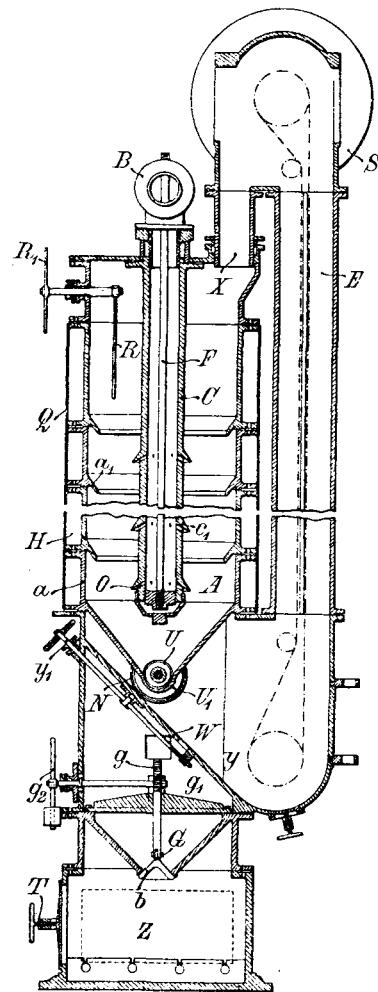


Fig. 205.

metallischem Nickel aus Nickelcarbonyl oder Gasen, welche Nickelcarbonyl enthalten, der Übelstand gezeigt, das in lockerer, schwammiger Form abgeschiedene Nickel weiter zu verarbeiten. Zur Gewinnung von metallischem Nickel aus Nickelcarbonyl in Form von Kugeln oder rundlichen Massen, wobei dieser Übelstand vermieden wird und das gewonnene Material besonders zur Herstellung

einander verwachsen, wodurch der Durchgang des Gases durch die Masse verringert und erschwert würde, wird die ganze Masse der Schrotkörner beständig in langsamer Bewegung erhalten. Um die spätere Verarbeitung der Nickelkörner zu erleichtern und den Durchgang der carbonylhältigen Gase durch die Masse nicht zu erschweren, lässt man die Nickelkörner durch die weitere

Abscheidung des Nickels auf demselben nur bis zu einer bestimmten Grösse anwachsen. Sobald die Körner eine bestimmte Grösse zum Theil erreicht haben, werden dieselben von den noch kleineren Körnern getrennt, ohne dass hierdurch die Operation unterbrochen wird. Die kleineren Körner werden weiter mit Nickelcarbonyl behandelt, während die grösseren Körner der Operation entzogen und in anderer Weise verarbeitet werden.

Ein cylindrisches Gefäss *A* (Fig. 203 bis 207), welches aus mehreren kleinen Cylindern *a*, die mit einander verbunden sind, zusammengesetzt ist, enthält ein mittleres Rohr *C*, welches mit Öffnungen *O* zum Gasaustritt versehen ist. Durch diese Öffnungen gelangt das Nickelcarbonyl enthaltende Gas, welches durch den Gaseinlass *B* eintritt, in das Gefäss, welches mit Nickelschrot, Kugeln oder kleinen Stücken, nangefüllt ist. Das Gas dringt durch die Zwischenräume zwischen den Kugeln und wird mit denselben in innige Berührung gebracht, wobei das Gas zersetzt wird und das abgeschiedene Nickel sich auf den Nickelstücken niederschlägt, während die von Nickel befreiten Gase durch Öffnungen *L* in das Gasableitungsrohr *M* treten. Um die Kugelchen an dem Zusammenbacken durch das abgeschiedene Nickel zu verhindern, werden dieselben in langsamer Bewegung erhalten, indem einige Kugeln beständig vom Boden des cylindrischen Gefässes *A* abgezogen werden. Es geschieht dies mittels einer mit Rechts- und Linksgängen versehenen Schnecke *U*, welche die Kugeln in zwei Siebtrommeln *N* führt. Die kleineren Kugeln fallen auf die geneigte Ebene *W* und sammeln sich am Fusse des Aufzuges *E*, welcher sie wieder in die Spitze des Cylinders *A* bringt, in den sie durch die Speisungsöffnung *X* eintreten. Diejenigen Kugeln, welche zu gross sind, um durch die Sieböffnungen von *N* hindurchzufallen, werden durch die grössere Schnecke *U'* zu Kanälen *U''* geführt und fallen auf eine geneigte Ebene, von wo sie in die Sammelkammer *Z* durch eine mit Ventil *b* versehene Öffnung *G* gelangen. Das Nickel wird von Zeit zu Zeit aus dieser Kammer *Z* entfernt, ohne dass hierdurch die Arbeitsweise des Apparates gestört würde. Es geschieht dies dadurch, dass das Ventil *b* durch die Zahnstange *g* mit dem Zahnrad *g'* und der aussen befindlichen Handhabe *g''* geschlossen wird und die Thür *T* geöffnet wird. Mittels der Handhabe *Y'* und des Schiebers *Y* kann man das gesammte Nickel aus dem Apparate entfernen. Die Schnecken *U* und *U'* und der Elevator *E* werden durch passende Getriebe von der Scheibe *S* betätigt.

Um eine Verstopfung der Aus- und Einlassöffnungen des Gases zu verhindern und den freien Ein- und Austritt des Gases zu erlauben, sind im Innern der einzelnen kleinen Cylinder *a* Vorsprünge *a'* und aussen an dem centralen Rohr *C* Vorsprünge *c'* unmittelbar über dem Gaseinlass *O* und über dem Gasauslass *L* angebracht. Diese Vorsprünge verhindern, dass sich Nickelkugeln vor die Öffnungen legen. Um die Abscheidung von Nickel aus dem Nickelcarbonyl in dem Rohr *C* zu verhindern, wird letzteres

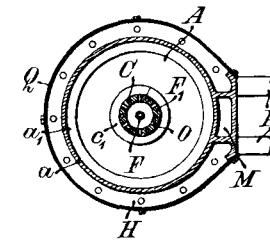


Fig. 206.

dadurch kühl gehalten, dass Wasser durch das Rohr *F* und die Kanäle *F'* circulirt und durch die Öffnung *F''* austritt. Das cylindrische Gefäss *A* ist von einem eisernen Kasten *Q* umgeben, welcher Heizräume *H* bildet, die mit Heizröhren *P* in Verbindung stehen. Dieselben sind so angeordnet, dass die Temperatur jedes Cylinders *a* mittels der Schieber *D* gesondert regulirt werden kann,

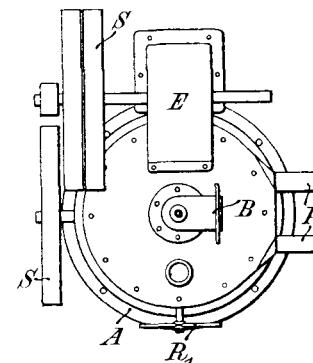


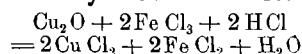
Fig. 207.

so dass die Temperatur der im Gefäss *A* enthaltenen Nickelkugeln ungefähr 200° beträgt, bei welcher Temperatur das Nickelcarbonyl zersetzt wird.

Um festzustellen, ob der Cylinder *A* mit Nickelkugelchen gefüllt ist, ist ein Stab *R* an der Spindel einer äusseren Handhabe *R'* befestigt, welche theilweise gedreht werden kann, so dass der Arbeiter dadurch, dass er Widerstand gegen die Bewegung des Stabes *R* findet, feststellt, dass die Nickelkugelchen bis zu einer gewissen Höhe reichen.

Zur Bestimmung von Arsen im Antimon und in anderen Metallen schlägt O. Ducru (Chem. N. 78, 73) vor, 5 g der grob gepulverten Antimonprobe in einer tubulirten Retorte oder in einem Fractionskolben mit 100 cc Eisenchloridlösung und mit 200 cc Salzsäure vom spec. Gew. 1,17 zu übergießen und dann unter Benutzung eines Kühlers, welcher in eine Vorlage mit 50 cc Wasser taucht, zu destilliren. Das Antimon löst sich rasch auf. Sobald 100 cc übergegangen sind, werden mittels Hahntrichters durch den Tubus nochmals 100 cc HCl zugegeben. Wenn 300 cc abdestillirt sind, ist bei einem Gehalt bis zu 10 Proc. As alles Arsen überdestillirt. Das Destillat enthält ein wenig Antimon und wird deshalb zur Reinigung nochmals destillirt, indem man 100 cc Salzsäure zufügt und wieder 300 cc Destillat auffängt. Im Destillat wird das Arsen in gewöhnlicher Weise als Sulfid bestimmt. Die Eisenlösung wird dargestellt, indem man 800 g Eisen in 2 l reiner Salzsäure und 2 l Wasser löst, Schwefelwasserstoff einleitet, das Filtrat nach dem Verjagen des Schwefelwasserstoffs bis zur vollständigen Umwandlung in Ferrisalz mit Chlor behandelt, das überschüssige Chlor durch Erhitzen entfernt und die Lösung mit Salzsäure auf 5 l verdünnt. Dieselbe Methode kann mit geringen Modificationen auch auf andere Metalle, Eisen, Stahl, Blei, Zinn, Zink, Bronzen, angewandt werden. *w.*

Zur volumetrischen Methode der Kupferbestimmung wird nach R. B. Meade (J. Amer. 1898, 610) das Kupfer durch Lösen in Schwefelsäure oder Abdampfen mit Schwefelsäure in Sulfatform gebracht, die Hauptmenge der Säure mit Ammoniak neutralisiert, schweflige Säure sowie Rhodankaliumlösung im Überschuss zugefügt, umgerührt und erwärmt. Der Kupferrhodanünniederschlag wird über Asbest filtrirt, gut gewaschen, Niederschlag und Filter in ein Becherglas gespült und mit 3 proc. Kalilauge erwärmt, wobei Kupferhydroxyd und Rhodankalium gebildet wird. Das Kupferhydroxyd wird wieder über Asbest filtrirt, mit heissem Wasser gewaschen und der Niederschlag in einem Becherglas mit Ferrichloridlösung oder Ferrisulfatlösung (frei von Salpetersäure und von Ferrosalz) erwärmt, wobei das Kupferoxyd eine entsprechende Menge Eisenoxydsalz zu Eisenoxydulsalz reducirt:



Der Gehalt an Eisenoxydulsalz wird dann durch Filtration mit Kaliumpermanganat bestimmt. Die der verbrauchten Permanganat-

menge äquivalente Eisenmenge multiplizirt mit 1,125 gibt das Gewicht des Kupfers. Statt der Schwefelsäure kann auch Natriumbisulfat benutzt werden. Zweckmässig benutzt man eine Lösung gleicher Theile Natriumbisulfat und Rhodankalium. Die Gegenwart von Arsen, Antimon, Wismuth, Zink und anderer Metalle, welche die elektrolytische, die Cyanid- und Jodidmethode ungenau machen, schadet nicht, da dieselben nicht durch Rhodankalium aus saurer Lösung gefällt werden.

w.

Apparate.

Destillations- und Absorptionscolonne. Nach H. Hirzel (D.R.P. No. 98814) wird nicht nur der Raum zwischen Haube und Beckenboden von zwischen diesen hin-

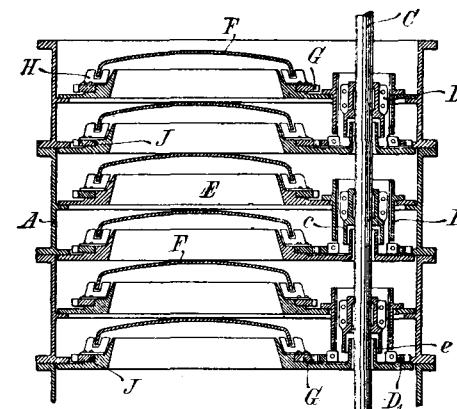


Fig. 208

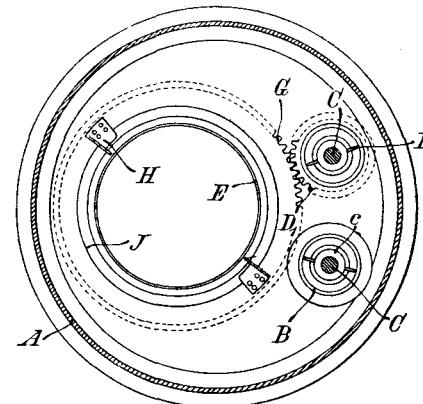


Fig. 209.

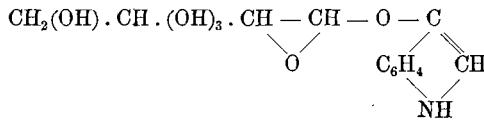
durchlaufenden, als Rührer dienenden Bügelkreuzen gereinigt, es sind auch auf einem in fortlaufende oder hin- und hergehende Bewegung versetzten Zahnkranz eine beliebige Anzahl aus Stahl angefertigter Schaber mit u-förmigem Querschnitt befestigt, welche die Haubenränder seitlich innen, aussen und unten bestreichen, so dass sich weder zwischen

Hauben und Beckenböden, noch am äusseren Rande der Hauben feste Massen ansetzen können.

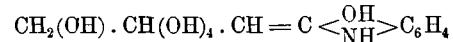
Die zum Reinigen der Überfallröhren *B* (Fig. 208 u. 209) dienenden Schaber *D* sitzen auf einer gemeinsamen Welle *C* und tragen unten je einen Zahnkolben *D*¹, die in die Zähne eines Rades *G* eingreifen, die drehbar auf dem Ansatz *J* der Deckenböden *E* gelagert sind. Durch Drehen der Welle *C* werden die Zahnräder *G* und die auf denselben befestigten Schaber *H* mitgedreht.

Farbstoffe.

Über die Constitution des Indicans und einiger Indigoderivate. Marchlewski (J. Chemical 1898, 431) glaubt, dass Indican nicht das ganze Indigomolekül enthält, sondern dass die Indigobildung durch einen Condensationsprocess erfolgt, der unter günstigen Bedingungen gleichzeitig mit der Hydrolyse des Indicans vor sich gehe. Das Indican enthalte wahrscheinlich den Rest des Indoxyls und besitze die Formel



Die Thatsache, dass durch Spaltung mit Salzsäure bei Abwesenheit von Oxydationsmitteln kein Indigo erhalten wird, sei durch Aufspaltung und Wiedervereinigung der Spaltungsproducte in anderem Sinne unter Bildung eines Isomeren des Indicans von der Formel



zu erklären.

Die sog. Diisatinsäure von O'Neill besitzt nach Marchlewski im hydratisirten Zustand die Formel $\text{C}_{16}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_6$, im anhydratisirten Zustand die Formel $\text{C}_{16}\text{H}_{10}\text{N}_2\text{O}_4$. Dieselbe ist einbasisch.

Ferner bewies Marchlewski, dass die verschiedenen künstlichen Indigos (Kallesches Salz, Indigo der Bad. Anilin- und Sodaefab.) in ihrer Constitution mit dem natürlichen Indigo identisch sind und dass die Umwandlung von Indirubin in Indigotin durch alkalische reducirende Mittel, indessen ziemlich schwer, bewerkstelligt wird. Andrerseits sind die im natürlichen Indigo vorhandenen Mengen von Indirubin sehr klein, und angesichts der Umwandelbarkeit des Indirubins in sein blaues Isomeres ist es zu bezweifeln, ob dem Indirubin mit Recht eine so wichtige Rolle zuzuschreiben ist, wie dies gewöhnlich geschieht.

w.

Verein deutscher Chemiker.

Sitzungsberichte der Bezirksvereine.

Berliner Bezirksverein.

Sitzung vom 5. Juli. Anwesend 55 Mitglieder und Gäste. Der Betriebschemiker Herr Otto Fuhse hielt einen mit vielem Beifall aufgenommenen Vortrag „Über Borax und Borsäure“, der eine zusammenfassende Übersicht über dies Specialgebiet der chemischen Technik mit historischen Angaben und Mittheilungen über die besten Analysenmethoden brachte.

Die in Aussicht genommenen ständigen Referate aus der chemischen Litteratur wurden von Herrn Dr. Henriques durch einen Bericht über die Analyse der Öle, namentlich über die Arbeiten von J. J. A. Wijs eröffnet.

Den Bericht über die Darmstädter Hauptversammlung erstattete Herr Dr. Lange¹⁾. Im Anschluss daran sprach die Versammlung einstimmig den Wunsch aus, dass die Berichte über die Hauptversammlung in Zukunft bei weitem

ehler erscheinen möchten, als es in diesem Jahre der Fall sei. Namentlich könnte ein ganz kurzes Stimmungsbild in einem der allernächsten Hefte nach der Versammlung gegeben werden.

Nach Erstattung des Berichtes der Commission, die zur Prüfung der Taschenbuch-Angelegenheit gewählt worden war, wurde beschlossen, das Taschenbuch im nächsten Jahre wieder erscheinen zu lassen. Mit der Bearbeitung wurden betraut die Herren Dr. Dr. Ephraim, Karsten, Peters, Regelsberger und v. Vietinghoff.

In Sachen der Stellenvermittlungs-Angelegenheit wurde der bisherigen Commission der Auftrag gegeben, weiter zu arbeiten und demnächst dem Bezirksverein ein ausführliches Protokoll vorzulegen, das dann dem Hauptverein in Ausführung des Beschlusses der Darmstädter Hauptversammlung übermittelt werden soll.

Die August-Versammlung wird auf allgemeinen Wunsch ausfallen. Der Juli- und August-Ausflug werden zusammengelegt.

Franz Peters, stellvertr. Schriftführer.

¹⁾ S. 811 u. 815 d. Z.