

Pol einer Stromquelle angeschlossen. Das Kniestück  $E_4$  ist an den negativen Pol der Stromquelle angeschlossen. Auf diesem Kniestück ist die Elektrode  $E$  schwingend angeordnet und wird durch die Schraube  $E_5$  in gutem Contact gehalten. Um auch einen guten elektrischen Contact zwischen dem Leiter  $E$  und der Hohlwelle  $S$  zu sichern, ist eine Klammer  $E_1$  durch den Bolzen  $E_2$  an den Leiter  $E$  angeschlossen. Diese Klammer wird durch die Schrauben  $E_3$  zusammengehalten. Der positive Leiter  $F$  ist in ganz ähnlicher Weise angeordnet. In dem Deckel  $D$  des Ofens befindet sich ein Mannloch  $M$ , welches durch einen Deckel  $M_1$  verschlossen ist.

In demjenigen Theile des Rohres, welcher an den Boden des Ofens angeschlossen ist, ist ein Ventil  $V$  vorgesehen, welches geöffnet werden kann. Durch Zuführung der Wärme zu dem im Ofen befindlichen Erz bei geöffnetem Ventil  $V_1$  werden die feuchten Gase abgeschieden, während nach dem Schliessen des Ventils  $V_2$  und dem Steigen der Hitze die Temperatur erhöht wird. Sollen indess aus den abziehenden Gasen noch Nebenproducte gewonnen werden, so leitet man sie durch  $P$  in den Behälter  $W$ . Der Behälter  $W$  besteht aus Holz oder einem sonst geeigneten Material und enthält einen zweiten Behälter  $W_2$ , der aus Zink, Blei oder Kupfer besteht. Befindet sich in den Erzen etwa leichtflüssiges Metall, so kann dasselbe, sobald es genügend erhitzt ist, aus der Masse abgezogen werden, indem man die Öffnung  $R$  frei macht. Die Öffnung  $R$  ebenso wie die Öffnung  $R_1$ , welche in dem oberen Ende des Ofens zum Entweichen von Gasen und dergl. vorgesehen ist, werden durch nassen Thon  $KK_1$ , welcher infolge der Hitze des Ofens rasch erstarrt, verschlossen. Wird es nothwendig, das Rohr  $S$  zu drehen und die Masse im Ofen aufzurütteln, so löst man die Schrauben  $E_3$  und  $F_3$  an den Leitern  $E$  und  $F$ , worauf sich das Rohr  $S$  mittels Handrades  $H_1$  drehen lässt.

Die obere Elektrode wird nachgeschoben, um sie stets in gutem Contact mit der Erzmasse zu halten. Die untere Elektrode kann so angeordnet werden, dass sie gehoben werden kann, wenn das Erz entschwefelt oder behandelt ist, so dass die beiden Elektroden in Berührung mit dem im Ofen befindlichen Erz bleiben, wenn das Volumen der Erzmasse durch Ausscheiden von Gasen, Schwefel u. s. w. verringert wird.

Zur elektrolytischen Bestimmung von Zinn in Zinnerzen bewirkt man die Zersetzung meist durch Schmelzen mit Natriumcarbonat und Schwefel und elektroly-

sirt eine Lösung von Sulfostannat in Ammoniumsulfid. Da man nach dieser Methode oft ungenügende Resultate erhält, indem fast stets Schwefel mit niedergeschlagen wird, so thut man besser, eine Ammoniumoxalat-doppelsalzlösung zu elektrolysiren. Classen säuert zur Umwandlung des Sulfostannats in das Doppelsalz mit Schwefelsäure an, oxydirt mit Wasserstoffsuperoxyd, filtrirt und wäscht die entstandene Metazinnsäure und löst dieselbe in saurem Ammoniumoxalat und Oxalsäure. Um die Abscheidung und Filtration des Zinns zu vermeiden, wird nach E. D. Campbell und E. C. Champion (Chem. N. 78, 310) 1 g fein gepulvertes Erz mit 5 oder 6 g einer Mischung von gleichen Gewichtsteilen Natriumcarbonat und Schwefel geschmolzen, wobei man Sorge trägt, dass der Tiegel möglichst gleichmässig erhitzt wird. Man zieht aus der erkalteten Schmelze das Natriumsulfostannat mit 40 bis 50 cc heissem Wasser aus, filtrirt und behandelt den gewaschenen und getrockneten Rückstand nochmals in gleicher Weise, da er meist noch Zinn enthält. Die vereinigten Sulfostannatlösungen werden mit Salzsäure schwach angesäuert, wobei das Zinn als Sulfid ausfällt. Nachdem durch Eindampfen auf 75 bis 80 cc der Schwefelwasserstoff entfernt ist, fügt man 10 cc Salzsäure von 1,20 sp. G. hinzu und trägt allmählich 2 bis 3 g Natriumsuperoxyd ein, bis nach volliger Oxydation die Lösung klar geworden ist. Etwas ausgeschiedener Schwefel wird durch kurzes Kochen zusammengeballt. Man filtrirt in eine Platinschale, fügt Ammoniak hinzu, bis ein geringer Niederschlag entsteht, und 50 cc einer 10 proc. Lösung von saurem Ammoniumoxalat. Die klare Lösung wird über Nacht mit 0,10 Amp. und 4 V. elektrolysiert. Man wäscht nach Stromunterbrechung mit Wasser und Alkohol aus und trocknet bei 80 bis 90°.

T. B.

#### Brennstoffe, Feuerungen.

Der die Humussäure im Erdreich und Torfe begleitende Stickstoff soll nach einigen Chemikern in Form von Amiden gebunden sein, mit Ausnahme einer kleinen Menge von Ammoniak, die nur durch Alkalilauge von den Humussubstanzen getrennt werden kann. Wäre das der Fall, so müsste sich der gesammelte Stickstoff durch Hydrolyse in Form von Ammoniak abspalten lassen. F. Sestini (Landw. Vers. 51, 153) fand den Gesamtstickstoffgehalt von 10 g aufgeschlämpter, mit Natriumbicarbonatlösung extrahirter und mit Salzsäure gefällter Humussäure zu 0,0121 g, die 2,756 g in trockner

Humussäure entsprachen. Er kochte 10 g derselben Probe 12 Stunden mit 2 proc. Kalilauge; es wurden 0,0036 g Stickstoff als Ammoniak entbunden, während 0,0071 g in der Substanz zurückblieben. Verdünnte Salzsäure wirkte erst in 10 proc. Lösung. Die Flüssigkeit färbte sich dabei gelbröthlich und zeigte Geruch nach Furfurol. Es wurde gefunden in 10 g gefällter Humussäure, enthaltend 0,0121 g Gesamtstickstoff:

Stickstoff als Ammoniak 0,0031 g,

Stickstoff in der Humussäure bleibend 0,0048 g,

Stickstoff in der Säurelösung nicht als NH<sub>3</sub> vorhanden 0,0042 g.

Daraus geht hervor, dass der Stickstoff nicht insgesammt amidartiger Natur ist. Verf. versuchte dann, ob in den Humussäuren vielleicht Amidosäuren enthalten wären und suchte dies durch Einwirkung von salpetriger Säure auf Humussäuren nachzuweisen, die vorher mit Salzsäure behandelt waren (also die CONH<sub>2</sub>-Gruppe nicht enthielten). Es entwickelte sich Gas, das Stickstoff sein konnte; doch sind diese Verhältnisse noch nicht näher untersucht. Weiter studirte er die Bildung von Furfurol aus Humussäuren und kommt zu dem Resultate, dass Humussäure, welche aus Torf gewonnen wird, auch wenn der Torf gut gereinigt und mit Alkohol geschieden ist, sicher pentoseartige Gruppen enthält, wie die Zusammenstellung zeigt (es wurden 5 g Substanz mit Salzsäure vom spec. Gew. 1,06 destillirt):

Natürliche Huminkörper. g Furfurol

Humussäure (1. Niederschlag)	0,689
Humussäure, gereinigt (2. Niederschlag)	0,838
Rohe Humussäure	0,923
Humussäure, in Alkohol löslich	0,796
Humussäure, in Alkohol nicht löslich	1,033

Künstliche Huminsubstanzen.

Sacchulnum, gut gewaschen	0,220
Sacchulmisäure, gut gewaschen	0,198
T. B.	

Koksofenthür beschreibt F. Wolff (D.R.P. No. 100774), bei welcher zwecks Beförderung der Aufnahme der Hitze von dem glühenden Kokskuchenkopf und der leichten Abgabe dieser aufgespeicherten Hitze an die Kopfpartie der nächstfolgenden Ofenfüllung die Thür mit Höhlungen versehen ist, welche in den Ofen münden und an der anderen Seite geschlossen in die feuerfeste Thürausfütterung eindringen.

Bindemittel für Presskohlen. Nach C. M. Schnauder und Ch. Bergmann (D.R.P. No. 101299) wird mit dem Pech fein gemahlenes Kohlen- oder Kokspulver unter Erhitzung innig vermengt, wobei Kohle

und Pech im Verhältniss  $\frac{1}{3}$  bis  $\frac{1}{4}$  stehen sollen. Das Kohlenpulver wird von der Pechmasse durchdrungen, so dass ein vollständig homogener Brei gebildet wird. Dieser Brei erstarrt beim Erkalten zu einer spröden Masse und wird in Stücken den Zechen als Bindemittel zur Brikettfabrikation geliefert. Die Bindekraft des Mittels steht angeblich der des reinen Peches nicht nach (?).

Montanwachs aus bituminöser Braunkohle. Nach E. v. Boyen (D.R.P. No. 101373) wurden durch sein Extractions- oder durch das Dampfschweelverfahren 7 bis 10 Proc. Bitumen erhalten. Dieses gibt etwa 50 Proc. Montanwachs, welches seiner Härte und des hohen Schmelzpunktes wegen einen höheren Preis als das Paraffin erzielen dürfte. Mineralöl tritt hierbei nur als Nebenproduct auf und beträgt etwa 10 Proc. vom Bitumen. Die übrigen 40 Proc. bestehen aus werthlosen Gasen und Retortenkohle.

Nach dem Dampfschweelverfahren wird grubenfeuchte Braunkohle, sog. Schweekohle, in Schweelyzylindern mit auf etwa 250° überhitztem Wasserdampf und mässiger Feuerung bis zur Verkokung geschweelt. Das auf diese Weise erhaltene Destillat, welches sich von gewöhnlichem Braunkohlentheer durch höhere, über 70° liegenden Schmelzpunkt, Unkrystallisierbarkeit und leichte Verseifbarkeit durch Alkalien unterscheidet, bildet das Ausgangsmaterial zur Darstellung des Montanwachses.

Nach dem Extractionsverfahren wird getrocknete Braunkohle mit Benzin, Solaröl oder ähnlichen Lösungsmitteln extrahirt. Der Auszug ist braun bis schwarz, glänzend, hart und spröde, geruchlos und schmilzt bei 80°.

Das so erhaltene Braunkohlenbitumen wird in einer Destillationsblase geschmolzen und über 300° erhitzt. Durch Hindurchleiten von auf 250° überhitztem Wasserdampf und nachfolgende mehrfache Dampfdestillationen wird das Bitumen in eine wachsgelbe, kry stallinische Substanz von hohem Schmelzpunkt, in das „Montanwachs“ umgewandelt, welche sich durch Pressen mit organischen Lösungsmitteln und nachfolgende Behandlung mit Entfärbungspulver reinigen lässt. Das gereinigte Montanwachs stellt eine weisse, harte, bei 70° oder höher schmelzende kry stallinische Masse dar, welche zum Unterschied von Paraffin durch Alkalien leicht verseift, durch conc. Schwefelsäure vollständig verkohlt wird. Es besteht aus zwei verschiedenen, deutlich charakterisierten Stoffen, nämlich einer Säure und einem un-

gesättigten Kohlenwasserstoff. Die Trennung beider Stoffe geschieht durch alkalische Verseifung in alkalischer Lösung, wobei die Säure ein wasserlösliches, aus Alkohol krystallisirbares Kalisalz eingeht, während sich der in Alkohol und Wasser unlösliche Kohlenwasserstoff abscheidet. Die durch Fällung mit Schwefelsäure oder anderer Mineralsäure aus dem Kalisalz erhaltene Montansäure schmilzt nach wiederholtem Umkrystallisiren aus organischen Lösungsmitteln unverändert bei  $80^{\circ}$ , löst sich in Benzin, Benzol, Eisessig, Äther und Alkohol, erstarrt nach dem Schmelzen strahlig-krystallinisch und hat ein spec. Gewicht von 0,915. Die Kalium- und Natriumsalze sind in Wasser leicht löslich und geben bei weiterer Verdünnung Seifengallerte. In Alkohol sind sie schwer löslich und krystallisiren daraus in verfilzten Nadeln. Der zweite Körper des Montanwachses, ein ungesättigter Kohlenwasserstoff, ist leicht löslich in Benzin und Benzol, schwerer in Eisessig, Alkohol und Äther und krystallisiert aus Benzin in glänzenden weissen Schüppchen, schmilzt bei  $60,5^{\circ}$  und hat ein spec. Gewicht von 0,920. Durch conc. Schwefelsäure wird er zum Unterschied von Paraffin vollständig verkohlt.

Beide Stoffe sollen ein werthvolles Kerzenmaterial bilden. Durch Destillation ohne Dampf zerfallen Montansäure wie Kohlenwasserstoff in Paraffin und Mineralöle.

**Löslichmachen von Erdöl in Spiritus.** Nach H. Guttmann und Herzfeld & Beer (D.R.P. No. 101414) wurden dem Spiritus 8 bis 10 Proc. Benzol zugefügt, um die Löslichkeit des Petroleums auf 18 bis 20 Proc. zu steigern. Durch weiteren Zusatz von etwa 4 Proc. Naphtalin gelingt es, die Löslichkeit auf 23 bis 24 Proc. zu bringen. Bei diesem Verfahren kann man also annähernd doppelt so viel Petroleum in Spiritus lösen. (Anscheinend soll auf diese Weise das sog. „Lucin“ hergestellt werden.)

#### Hüttenwesen.

Die Trennung von Nickel und Cobalt lässt sich nach Pinerua in folgender Weise ausführen: Die Chloride von Nickel und Cobalt werden in wenig Wasser gelöst, mit 10 bis 12 cc wässriger Salzsäure und 10 cc Wasser versetzt und unter Abkühlung auf unter  $0^{\circ}$  mit gasförmiger Salzsäure gesättigt. Cobalt bleibt in Lösung, Nickelchlorid fällt als gelber Niederschlag aus, wird filtrirt, mit Äther, der mit Chlorwasserstoff gesättigt ist, gewaschen und als Sulfat bestimmt. F. St. Havens (Chem. N. 78, 323)

findet jedoch, dass bei dieser Methode ein erheblicher Theil des Nickels in Lösung bleibt, dass aber die Fällung eine vollständige ist, wenn man die trocknen Salze in möglichst wenig Wasser löst, 10 bis 15 cc Äther hinzufügt und Salzsäure bei niederer Temperatur ( $15^{\circ}$ ) einleitet. Bei Gegenwart grösserer Mengen von Cobalt schliesst der Niederschlag jedoch Cobalsalze ein, die durch Wiederholung der Fällung abgeschieden werden können.

T. B.

Über das Härteln von Stahl und die Beschaffenheit desselben macht Brinell (Eng. Min. 1898, 755) einige Angaben.

Beim Erhitzen von Stahl kommt man zu einer Temperatur (zwischen Roth- und Gelbgut), wo der Kohlenstoff plötzlich den Carbid- oder Cementzustand verlässt und härtend wird. Etwas tiefer liegt die Temperatur, wo der härtende Kohlenstoff die grösste Neigung zeigt, sowohl beim Abkühlen als beim Erhitzen wieder in den Cementkohlenstoff zurückzukehren. Doch erfolgt dieser Process, im Gegensatz zu dem anderen Vorgange, nur allmählich.

Um die geeignete Härtetemperatur für irgend eine Art von Stahl zu finden, erhitzt man eine Stange an einem Ende bis zur Gelbgut, so dass die Temperatur nach der Mitte zu allmählich abnimmt, löscht ab und schlägt nun Stück für Stück ab. Die Stelle, die den feinst krystallinischen Bruch zeigt, besass die richtige Temperatur. Wird diese beim Härteln nicht erreicht, so tritt auch keine Härtung ein; wird sie dagegen überschritten, so wird der Stahl krystallinisch und brüchig. Ist nun Überhitzung eingetreten, so genügt es nicht, den Stahl auf die richtige Temperatur abzukühlen und dann zu löschen, vielmehr lasse man ihn völlig erkalten oder doch wenigstens unter Rothglut, und erhitzt ihn von Neuem. Plötzliches Abkühlen macht niemals einen Stahl, der vor dem Kühlen grob krystallinisch war, amorph oder fein krystallinisch. Es bewirkt nur, dass der Stahl die Structur behält, die er im Augenblicke des Kühlens besass.

T. B.

Eine Methode zur volumetrischen Bestimmung des Platins und Goldes von H. Peterson (Z. anorg. 19, 59) beruht darauf, dass Jodkalium in vielen Metallsolutions partielle Reduction des betreffenden Metallsalzes unter Abscheidung freien Jods bewirkt. Letzteres wird mit Natriumthiosulfat titriert. Wichtig ist, dass man eine genügende Menge Jodkalium anwendet. Bei Platin verläuft der Process in einfacher Weise: