

rend der Elektrolyse wird die an den Anoden frei werdende Schwefelsäure in geeigneter Weise an gepulvertes Baryumcarbonat unter Bildung von Baryumsulfat gebunden; an den Kathoden entweicht Schwefelwasserstoff, welcher in bekannter Weise aufgefangen wird.

Zur Darstellung von Bleiweiss und Blei dient als Elektrolyt die  $1\frac{1}{2}$  bis 2 proc. wässrige Lösung einer Salzmischung, welche zu  $\frac{2}{3}$  aus Natriumchlorat und zu  $\frac{1}{3}$  aus Natriumcarbonat besteht. Der Elektrolyt ist schwach alkalisch. Die Anodengerüste bestehen aus platinirtem Hartblei und die Kathodengerüste aus Weichblei oder Hartblei. Die Füllung der Anodengerüste besteht aus Bleistaub oder Bleiglätte, der Kathodengerüste aus Bleispath. Sollte die Kathodenbeschickung während der Elektrolyse nicht die erforderlichen Mengen Kohlensäure liefern, so wird letztere dem Elektrolyten zugeführt. Zur Darstellung von basischem Bleichromat (Chromorange) und Blei dient als Elektrolyt die  $1\frac{1}{2}$  bis 2 proc. wässrige Lösung einer Salzmischung, welche zu je  $\frac{2}{3}$  aus Natriumchlorat und zu  $\frac{1}{3}$  aus Natriumchromat besteht. Der Elektrolyt ist mit Natriumhydrat schwach alkalisch gemacht. Die Anodengerüste bestehen aus platinirtem Hartblei und die Kathodengerüste aus Weichblei oder Hartblei. Die Füllung der Anodengerüste besteht aus Bleistaub oder Bleiglätte, der Kathodengerüste aus Rothbleierz oder Phönicit. Sollte die Kathodenbeschickung während der Elektrolyse nicht die erforderlichen Mengen Chromsäure siefern, so wird letztere dem Elektrolyten zugeführt.

#### Hüttenwesen.

Analyse von Schmiedeisen. Nach E. Murmann (Österr. Chemzg. 1898, 383) ist es bei der Bestimmung des Kohlenstoffs nach der Methode von Corleis nicht zulässig, die Probenahme durch Ausbohren von feinen Spähnen vorzunehmen, da dieselben auch nach der Behandlung mit Kalilauge, Auswaschen und Kochen mit Alkohol noch Fett enthalten. Es bleibt, um eine einwurfsfreie Analyse zu erhalten, nichts übrig, als von der blank gefeilten Eisenprobe etwa 1 mm dicke Blättchen mit einer feinen Säge abzutrennen, in Streifchen zu zersägen und diese mittels einer Zange in Stückchen von höchstens 1 mm Seitenlänge zu zerwicken. Um eine zu heftige Reaction beim Einführen in die Chromsäuremischung zu verhindern, empfiehlt es sich, die allerfeinsten Stückchen abzusieben. Nach dem Auskochen mit Lauge,

dann mit Alkohol, und Waschen mit Alkohol und Wasser, Trocknen auf gewaschenem Filter und gelindem Erhitzen auf dem Uhrglase füllt man sie in das Eimerchen.

Die Bestimmung des Kupfergehaltes, durch Fällung der von der Schwefelbestimmung bleibenden Lösung ausgeführt, gibt nur annähernde Werthe, da der Rückstand immer merkliche Mengen von Kupfer (auch Nickel u. dgl.) enthält.

Die gewichtsanalytische Bestimmung des Mangangehalts für genaue Analysen leidet an dem Übelstande, dass das Mangansulfid schwer zu filtriren ist und das Filtrat immer noch Mangan enthält. Doch lassen sich diese Mängel durch Zusatz von Quecksilberchloridlösung vor der Fällung vermeiden, und außerdem kann sofort nach dem Absetzen am besten durch einen Rohrtiegel filtrirt werden. Da die Ausfällung vollständig ist, und das Filtrat keine Spur Mangan enthält, sind die Resultate, insbesondere bei kleinen Manganmengen, merklich höher.

Die Bestimmung von Eisen in Oxydverbindungen durch Reduction mit Natriumthiosulfat und Titration mit Jod hat wesentlich 4 Fehlerquellen: unvollständige Reduction des Oxydsalzes, Zersetzung von Thiosulfat durch Säure, Oxydation des Thiosulfats durch Eisenchlorid zu Sulfat anstatt zu Tetrathionat und endlich die oxydirende Wirkung der Luft auf das reducirete Eisensalz. J. T. Norton (Chem. N. 80, 89) findet, dass die Verbindung mindestens 400 cc für je 0,1 g Eisenoxyd betragen muss, und dass bei dieser Verdünnung nicht mehr als 1 cc conc. Säure vorhanden sein darf. Die Zeit für die Reduction muss möglichst kurz sein; die Temperatur soll Zimmertemperatur nicht übersteigen. Natriumthiosulfat soll wenigstens in einem Überschuss von 10 cc  $\frac{1}{10}$ -Normallösung zugegen sein. Für stärkere Verdünnungen wird die Anwendung von frisch ausgekochtem Wasser empfohlen, um die oxydirende Wirkung der Luft zu vermeiden. Man löst eine Probe von nicht mehr als 0,2 g Eisenoxyd in Salzsäure, dampft zu einer breiigen Masse ein, verdünnt mit frischausgekochtem Wasser auf 800 cc, fügt einen Tropfen Rhodankalium hinzu und lässt 50 cc  $\frac{1}{10}$ -Normalthiosulfatlösung einfließen. Man lässt bis zur völligen Entfärbung stehen und titriert den Überschuss an Thiosulfat mit Jodlösung und Stärke. T. B.

Titration von Oxalsäure mit Kaliumpermanganat in Gegenwart von Salzsäure. Entgegen den bisherigen Angaben fanden F. A. Gooch und C. A. Peters

(Chem. N. 80, 78), dass ein wenn auch nur kleiner Fehler durch die Gegenwart von Salzsäure auf die Titration von Oxalsäure mit Permanganat hervorgerufen wird. Sie untersuchten, ob die secundäre Einwirkung von Permanganat auf Salzsäure durch Zusatz eines geeigneten Mangansalzes hintangehalten werden könnte, und ob in diesem Falle die Reduktionskraft der Oxalsäure stark genug ist, um den vorzeitigen Eintritt einer der Guyard'schen Reaction zuzuschreibenden Endfärbung zu verhüten. Es zeigte sich, dass die Chloorentwickelung durch Zusatz von Mangansulfat oder -chlorid verhindert werden kann, und zwar genügt 1 g Mangansalz, um die Gleichgewichtsbedingungen so zu ändern, dass Titrationen bei mässig grossem Volumen (100 bis 500 cc) und in Gegenwart von Salzsäure (5 bis 15 cc conc. Säure) sicher und schnell ausgeführt werden können. Die Anwesenheit von Schwefelsäure ist dabei gleichgültig. B.

Druckelasticität des Gusseisens. Versuche von K. Berger (M. Wien 1899, 218) ergaben, dass sich innerhalb gewisser Grenzen die elastische Zusammendrückung den Spannungen proportional verändert.

Das Verfahren zur Erzeugung hoher Temperaturen von H. Goldschmidt (Z. Elektr. 6, 53) lässt sich praktisch besonders nach drei Seiten verwenden. Es gelingt bekanntlich mit Hülfe dieses Verfahrens, schwerschmelzbare Metalle wie Chrom und Mangan mit Leichtigkeit herzustellen, und werden diese Metalle jetzt in grossen Mengen in einfachen tiegelförmigen Öfen aus feuerfesten Steinen gewonnen (vgl. d. Zft. 1898, 821).

Vorrichtung zur Einführung von flüssigen Kohlenwasserstoffen in die Gebläseluft von Hochöfen u. dgl. von L. H. F. Pugh (D.R.P. No. 105144) besteht aus einer Kammer, in welche Injectoren oder Kohlenwasserstoffbrenner in beliebiger Zahl einmünden und welche einerseits mit der gewöhnlichen Heissluftleitung, andererseits mit der die Luft zu den Düsen führenden Leitung durch Ventilgehäuse verbunden ist, welch letztere gestatten, den Apparat beliebig von der Heissluftleitung abzusperren.

#### Unorganische Stoffe.

Der Apparat zur Concentration von Schwefelsäure und dergl. von O. Guttman (D.R.P. No. 104758) besteht aus drei oder mehr Säulen, im vorliegenden Fall aus

zwei gusseisernen Tragsäulen  $a_1$  und  $a_2$  (Fig. 239 bis 243) und zwei gusseisernen Schluss-säulen  $a_3$  und  $a_4$  von geeignetem Querschnitt, welche unten an einem gusseisernen Ring  $b$  und oben an einem anderen Ring  $c$  befestigt sind. Das Ganze ruht auf einem Ziegel-fundament  $d$ . Die Tragsäulen haben Angeln  $e$ , um welche gusseiserne Thüren  $f_1$  mit angegossenen oder befestigten Platten  $g$  schwingen. Jede Platte hat einen angegossenen Rand  $h$  und die Unterseite ist schwach kegelförmig oder schräg ausgebildet, um etwaige Condensationsproducte über das unterhalb stehende Gefäss hinaus abzuführen. Auf den Platten stehen entweder frei oder in einem eisernen Topf  $i$ , mit oder ohne Sandunterlage  $j$ , die Abdampfgefässe  $k$  aus Glas oder Porzellan, und die eisernen Töpfe  $i$  haben unten ein kleines Loch  $l$ , durch welches im Fall eines Bruches die Flüssigkeit nur allmählich auf die Platte laufen kann, während der Topf gross genug ist, um den ganzen Inhalt des Abdampfgefäßes aufzunehmen. Die Thüren  $f_1$  mit ihren Platten  $g$  sind so angeordnet, dass, wenn sie durch die Riegel  $m$  geschlossen sind, das Ganze einen Thurm bildet, in welchem die Abdampfgefässe über einander in einer Spirale stehen und die Flüssigkeit von einem in das andere laufen kann. Hierbei sind sowohl oben wie unten Thüren  $f_2$ , ohne Platten vorgesehen, um die leeren Räume auszufüllen. Jedes Abdampfgefäß hat eine Schnauze  $n$ , von welcher die Flüssigkeit in eine auf dem Gefäss ruhende flache Tasse  $o_1$  aus Glas, Porzellan und dergl. mit nahe an den Boden des Gefäßes reichendem Ablaufrohr  $o_2$  einfliest. Die Tasse kann kleine Ränder  $o_3$  haben, um sie am Verschieben zu verhindern. Die Platten  $g$  haben Aussparungen  $g_2$ , um die Wärme besser zu vertheilen, und einen durchbohrten kegelförmigen Fortsatz  $g_3$ , welcher in eine entsprechende Vertiefung  $g_4$  in den Tragsäulen  $a_1$  und  $a_2$  eingreift, von wo eine Bohrung in einen lothrecht ausgesparten Kanal  $g_5$  in diesen Säulen mündet, so dass etwa aus dem Abdampfgefäß entweichende Flüssigkeit sofort nach aussen abgeführt und das Gefäß selbst bestimmt werden kann. Jede Thür stösst an die andere und an die Säulen in lothrechter Richtung mit Winkelflächen  $p$ , und in wagerechter Richtung werden die etwas abgeschrägten Stossflächen mit Kitt oder dergl. verschmiert, um ein Entweichen von Gasen zu verhindern. Dies wird auch in der üblichen Weise dadurch befördert, dass ein Saugapparat oder Schornstein am Ende des ganzen Systems die Gase absaugt.