

eingeblassene heisse Luft, womit man sehr bequem eindampfen kann. Ausserdem sind diese Gefässe sehr bequem transportabel.

Da sie fest von dem äusseren Metallmantel umschlossen werden, lassen sie sich rollen und bieten jedem äusserlichen mechanischen Eingriff den grössten Widerstand dar.

Aus diesem Grunde dienen sie speciell als Transportgefässe für Salzsäure und zur Aufspeicherung grosser werthvoller oder gefährlicher Flüssigkeitsmengen.

Bei dem vorliegenden Versuch wird 60 proc. Schwefelsäure durch eine Dampfschlange erhitzt; es zeigt sich aussen absolut keine Spur von Feuchtigkeit, wesshalb ich darauf aufmerksam mache, dass der Mantel, um den Druck hervorzubringen, mit Fugen hergestellt ist und dass der Boden von unten aufgeschraubt ist.

Die Manteldichtung wird durch das feste Gegeneinanderliegen der Thonfaçonstücke bewirkt. Die bis jetzt hergestellten Grössen steigen von 250 l bis 5000 l, doch liegt keine Schwierigkeit vor, den Kessel noch grösser anzufertigen.

### Unorganische Stoffe.

Darstellung von Schwefelsäureanhydrid nach Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning (D.R.P. No. 105876.) Die Herstellung von Schwefelsäureanhydrid erfolgt bekanntlich in der Weise, dass schweflige Säure und Sauerstoff zusammen erhitzt und in heissem Zustande über einen Contactkörper hinweg bez. durch einen solchen Körper hindurchgeleitet werden (S. 161 d. Ztschr.). Die Zufuhr der für die Reaction erforderlichen Wärme benöthigte bisher die Anwendung von Heizeinrichtungen und einen grossen Verbrauch an Heizmaterial. Diese Heizeinrichtungen werden zum grossen Theile überflüssig und der grösste Theil des Heizmaterials kann gespart werden, wenn man in Anwendung des Gegenstromprinzips die bei der Reaction  $\text{SO}_2 + \text{O} = \text{SO}_3$  freiwerdende Verbindungswärme zum Heizen des zuströmenden Gasstromes benutzt.

Man erhitzt in einem Gegenstromapparat (Fig. 271 u. 272) die zuströmenden,  $\text{SO}_2$  und  $\text{O}$  haltenden Gase zuerst durch directe Wärmezufuhr auf Reactionstemperatur. Beim Durchströmen der Contactsubstanz findet die Oxydation zu  $\text{SO}_3$  und somit das Freiwerden der Verbindungswärme statt. Die bei A aus der Contactsubstanz austretenden  $\text{SO}_3$ -haltigen Dämpfe haben infolgedessen eine bedeutend höhere Temperatur als die bei E eintretenden  $\text{SO}_2$  Gase. Die  $\text{SO}_3$ -Dämpfe werden den eintretenden  $\text{SO}_2$ -Gasen entgegengeleitet; das vorhandene bedeutende Temperaturgefälle ermöglicht eine glatte Wärmeübertragung vom abströmenden auf den zuströmenden

Gasstrom. Der Gleichgewichtszustand des Processes lässt sich durch Vermehrung oder Verminderung der zuströmenden Gasmenge sehr schnell herstellen. Der Process geht bei jedem Druck, am besten bei Überdruck von Statten. Dabei ist es einerlei, ob der Gegenstrom, wie in Fig. 271, direct erzeugt, oder, wie in Fig. 272, durch Zwei- oder Mehrtheilung des Systems wechselweise erzeugt wird. Auch können die austretenden, die Verbindungswärme enthaltenden Gase in anderer Weise, z. B. durch Hintereinanderschaltung verschiedener Systeme, zum Heizen der Zuströmungsgase verwendet werden.

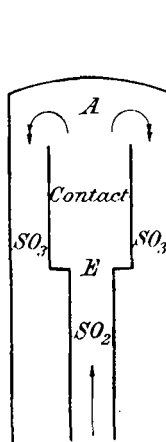


Fig. 271.

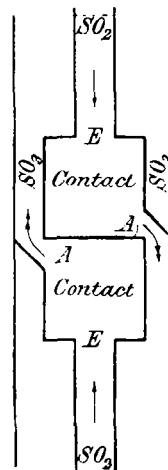


Fig. 272.

Grosse Apparate, wie sie für die Grossindustrie in Frage kommen, arbeiten, sobald der Process in Gang gesetzt ist, ganz ohne Wärmezufuhr von aussen. Bei kleineren Apparaten hat sich wegen der grossen Strahlungsverluste, sowie zur Regelung des Processes namentlich bei kleinen Betriebsstörungen u. s. w., eine kleine directe Wärmezuführung erforderlich gemacht, welche am vortheilhaftesten stattfindet entweder unmittelbar vor Eintritt der Gase in den Contactkörper oder unmittelbar beim Austritt aus demselben.

Das Verfahren benöthigt sonach eine Heizeinrichtung und einen Heizmaterialverbrauch wesentlich nur noch für die Ingangsetzung des Processes. Dies bedingt sowohl eine Ersparniss von directen Kosten als eine Vereinfachung der Apparatur und ihrer Bedienung. Hierdurch gelingt es, mittels dieses neuen Verfahrens Schwefelsäureanhydrid zu einem so niedrigen Preise darzustellen, dass sich seine Überführung in gewöhnliche Schwefelsäure, wie sie durch Kammerprocess und Platinapparate u. s. w. bisher erzeugt wird, lohnt. Dieses Verfahren stellt mithin einen neuen Weg nicht nur zur Gewinnung

von Schwefelsäureanhydrid, sondern auch von Schwefelsäurehydrat dar.

Condensationsapparat für Salpetersäure. Nach J. V. Skoglund (D.R.P. No. 105 704) wird die schwache Säure in einem ersten aus säurebeständiger Masse, wie Glas oder Steingut, bestehenden Theile und die starke Säure in dem zweiten, aus Blei gebildeten Theil des Condensators condensirt.

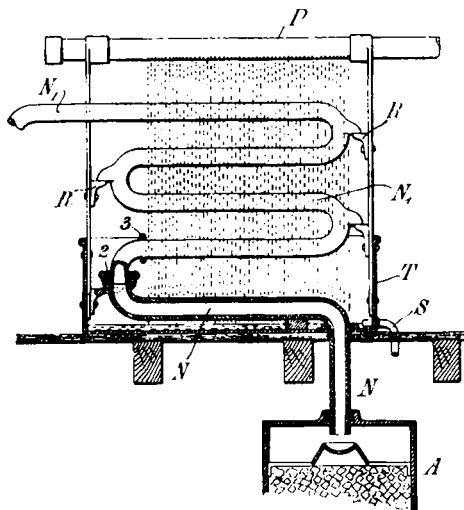


Fig. 273.

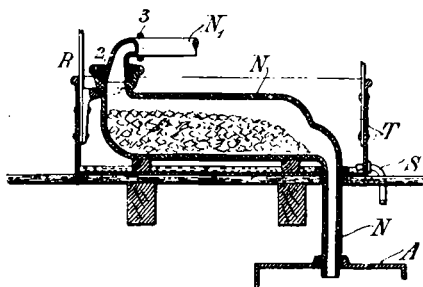


Fig. 274.

Fig. 273 zeigt in Ansicht den Condensationsapparat, dessen erster Theil aus Steingut oder Glas in Form eines Rohres besteht. Fig. 274 zeigt eine ähnliche Ansicht dieses Theiles des Apparates in Form eines Kastens mit eingelegten säurebeständigen Stücken. Rohr  $N$  ist an seinem unteren Ende mit dem oberen Theil des Thurmes  $A$  verbunden, in welchem die Salpetersäure über glasartige Körper herabrieselt, während die Dämpfe durch das Rohr  $N$  abziehen, sich condensiren und in den Thurm zurückfließen. Dieses Rohr  $N$  (Fig. 273) muss aus Glas, Porzellan, Steingut oder ähnlicher Masse bestehen; an das obere Ende des Rohres  $N$  schliesst sich das Rohr  $N^1$  aus Blei an, welches hin- und hergeführt ist und eine Reihe fast nahezu wagerecht über einander liegender Rohre bildet. Diese Rohre sind bei  $R$  unterstützt;

die Verbindung zwischen dem ersten ( $N$ ) und dem zweiten Condensationsapparat ( $N^1$ ) ist durch säurebeständige Masse abgedichtet. Das Kühlwasser muss in einen gelochten Trog oder ein Rohr  $P$  eingeleitet werden, so dass das Wasser über die Rohre herabrieselt und sie auf der zum Condensiren der Säuredämpfe geeigneten Temperatur erhält. Etwa nicht condensirte Dämpfe können vom oberen Ende des Rohres  $N^1$  in einen geeigneten Behälter übergeleitet werden.

Das Kühlwasser kann in einem Behälter  $T$  Aufnahme finden und durch Rohr  $S$  abgeleitet werden; auch kann in der Nähe der Rohrverbindung 2 auf das Rohr  $N^1$  ein Ring 3 aufgeschoben sein, um das Hinströmen des Condensationswassers am Rohr  $N^1$  und das Herantreten desselben an die Rohrverbindung zu verhüten.

Herstellung von Ammoniak aus den bei der Melasseentzuckerung sich ergebenden Abfalllaugen. Führt man nach L. Sternberg (D.R.P. No. 105 638) über Abfalllauge, die vorher zweckmässig bis zu etwa  $30^\circ$  B. eingedampft und mit porösem Stoff, wie z. B. granulirtem Koks, gemischt ist, einen Luftstrom, der eine geringe Menge Wasserdampf enthält, unter gleichzeitiger Zuführung allmählich gesteigerter Wärme, so beginnt die Ammoniakentwicklung gegen  $100^\circ$ ; dieselbe ist bei  $150^\circ$  schon sehr beträchtlich, und bei  $300^\circ$  werden bereits mehr als 50 Proc. der Stickstoffverbindungen in Ammoniak, übergeführt. Bei steigender Temperatur bildet sich auch aus den schwerer zersetzbaren Stickstoffverbindungen Ammoniak und bei etwa  $500^\circ$  ist die Zersetzung praktisch beendet. Fig. 275 zeigt im Längenschnitt eine Feuerung mit drei über einander angeordneten Heizkammern, durch welche drei wagerechte cylindrische Retorten hindurchreichen. Diese sind durch senkrechte Rohre verbunden und enthalten drehbare Förderschnecken. Die Zeichnung zeigt ferner einen Füllrumpf zum Einführen des Materials in die oberste Retorte und ein an der untersten Retorte vorgesehenes Auslassrohr, welches mit Schieber und Abschlussthür versehen ist. Die heissen Verbrennungsproducte ziehen von dem Feuerungsraume  $A$  aus nach derjenigen Stelle, welche als das hintere Ende der untersten Heizkammer  $B$  bezeichnet werden soll, und gelangen von hier aus durch den senkrechten Zug  $C$  in das vordere Ende der mittleren Heizkammer  $D$ , um aus dieser durch den Zug  $E$  hindurch in das hintere Ende der oberen Heizkammer  $F$  und von dieser aus durch den am vorderen Ende angeordneten Zug  $G$

nach dem Schornstein zu strömen. Das zu behandelnde Material wird von dem Füllrumpf  $a_1$  aus in der Nähe des vorderen Endes der obersten Retorte  $a$  in diese eingeführt und durch die in Umdrehung ver-

und bringt die Masse dann mit Hülfe einer Zündpille zur Entzündung. Die Zündpille verbreitet die Wärme auf die umgebende Masse und bringt sie zur Entzündung. Damit ist die Reaction eingeleitet, das Aluminium verbindet sich mit dem Sauerstoff des Kalkes und so entwickelt sich eine derartig hohe Temperatur, dass der Kalk schmilzt, reducirt wird und sich mit der Kohle verbindet. (Kosten?)

Zur Herstellung von Schiesspulver werden nach R. F. Leuschel (D.R.P. No. 105 877) Muscineen oder Sphagneen mit Alkalilösungen gekocht, gepresst, gewaschen, mit Salzsäure macerirt, mit unterchlorigsaurem Natron oder Kali gebleicht und nach gutem Waschen getrocknet. Dann werden diese Pflanzen gerieben und durch Sieben und Windgebläse die weichen Blättchentheile von den harten Stengeltheilen und sonstigen Unreinigkeiten getrennt. Dieselbe Arbeit wird mit den Blättchentheilen nochmals vorgenommen, wobei eine längere Digestion mit schwacher Salzsäure und zum Schluss eine Behandlung mit schwefliger Säure und gründliches Waschen in Anwendung kommt. Die Stengeltheilchen setzen sich beim Waschen mit viel Wasser zu Boden und werden von den Blättchen durch Decantiren getrennt. Die so gewonnenen Blättchentheile werden getrocknet und gepulvert. Sie haben die Bestimmung, Lösungen von Kohlehydraten, Zucker in seinen verschiedenen Arten, Caramel, Dextrin, Stärke — im verkleisterten oder unverkleisterten Zustande — oder Glycerin allein oder zusammen mit Kohlehydratlösungen zu absorbiren. Dieses Präparat wird dann getrocknet und mit einem Gemisch aus 3 Th. Schwefelsäure und 1 Th. Salpetersäure nitrirt, nach einigen Stunden entsäuert, gewaschen und getrocknet. Je nach Zweck wird das Präparat noch mit einer Lösung von Salpeter allein oder mit chromsauren Salzen zusammen getränkt. Unter Zuhilfenahme eines Lösungsmittels (Essigäther o. dgl.) für den absorbirten Nitrokörper oder unter Anwendung von Wärme wird das Product gekörnt, in Blättchen verwandelt oder zu grösseren Körpern gepresst.

Vorrichtung zur Absorption von Gasen, bes. Salzsäure, von R. Cellarius und C. Lehmann (D.R.P. No. 106 023) besteht aus einem flachen Gefässe  $A$  (Fig. 276 bis 278) mit gewölbtem und gewelltem Boden  $a$ . Um dem Gefässe eine Auflagefläche zu geben, kann der Boden an den Seiten mit Flachtheilen  $a_1$  versehen sein. Die absorbirende Flüssigkeit bez. das Wasser

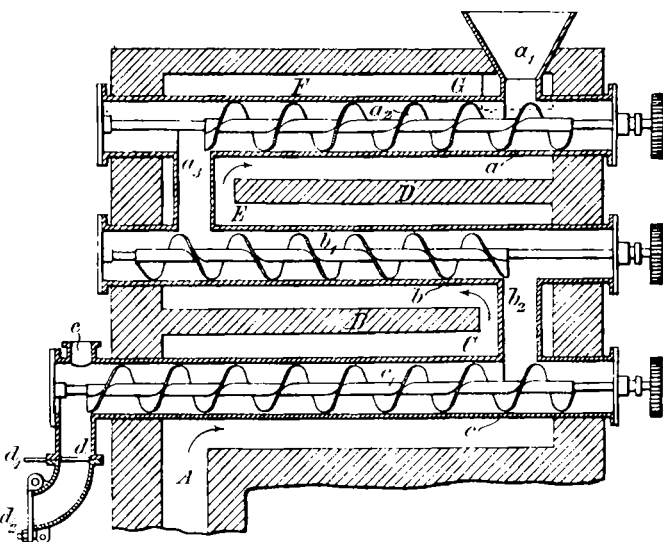


Fig. 275.

setzte Förderschnecke  $a_2$  nach hinten bewegt, um dort durch das senkrechte Rohr  $a_3$  in das hintere Ende der mittleren Retorte  $b$  zu gelangen. Die Förderschnecke  $b_1$  bewegt alsdann das Material nach dem vorderen Ende der Retorte  $b$ , wo es durch das senkrechte Rohr  $b_2$  in die unterste Retorte  $c$  abgeführt wird. Das Material wird alsdann von der Förderschnecke  $c_1$  nach hinten geschafft und gelangt daselbst in den oberen Theil des Kühlers  $d$ , fällt — nachdem zu diesem Zwecke der Querschieber  $d_1$  geöffnet worden ist — in den unteren Theil des Kühlers hinab, um schliesslich durch Öffnen der Thür  $d_2$  herausgelassen zu werden. Der obere Theil des Kühlers  $d$  ist so eingerichtet, dass er mit dem Robre  $e$  verbunden werden kann, welches an eine Gaspumpe angeschlossen ist. Letztere dient dazu, die gasförmigen Producte des Verfahrens abzuführen und zugleich durch die gesammte Retortenanlage hindurch einen Luftstrom aufrecht zu erhalten, der durch den Füllrumpf  $a_1$  eintritt und der seiner Menge nach durch entsprechende Regelung der Gaspumpe beherrscht werden kann. Das Ammoniak, welches in den aus den Retorten kommenden Gasen enthalten ist, wird durch Behandlung mit Schwefelsäure oder auf andere bekannte Weise fixirt.

Zur Herstellung von Calciumcarbid mischt P. Wolff (D.R.P. No. 105 631) gepulvertes Aluminium mit Kalk und Kohle

wird durch Rohrstutzen *b* in den untersten Theil des Gefäßes eingeführt und tritt durch Rohrstutzen *c*, welcher *b* diagonal gegenüberliegt, in den folgenden Apparat. Auf diese Weise wird das Wasser gezwungen, den

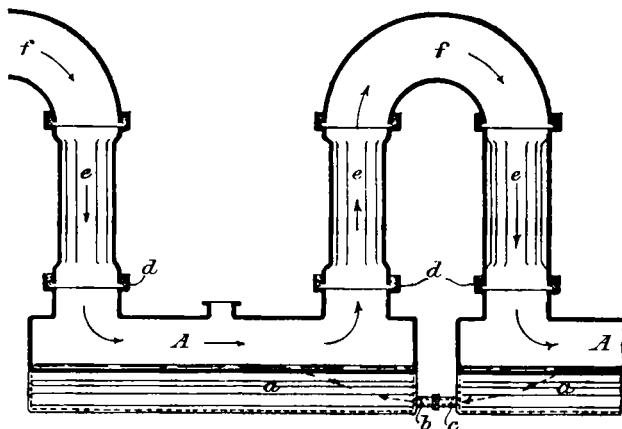


Fig. 276.

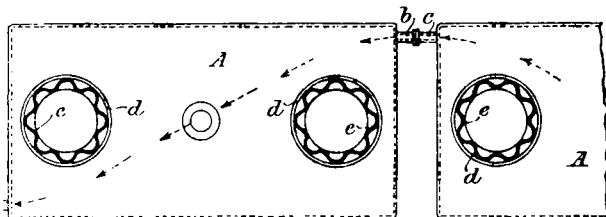


Fig. 277.

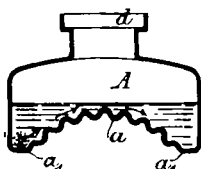


Fig. 278.

grössten Weg zu machen, indem es einmal die ganze Länge des Apparates und zum anderen die Breite desselben durchläuft, und auf diesem Wege findet es in dem gewellten, gewölbten Boden und auch den übrigen Wandungen, welche mit der Luft in Berührung stehen, eine grosse Kühlfläche. Das zu absorbirende Gas tritt durch Rohrstutzen *d* in den Absorptionsapparat hinein und aus ihm heraus und wird von einem Apparat in den anderen durch gewellte Rohrstücke *e* und durch Bogenstücke *f* geführt. Die Wellung der Wandung von den Rohren *e* hat den Zweck, auch bei der Überleitung des Gases von einem Apparat zum anderen grosse Kühlflächen zu schaffen.

### Organische Verbindungen.

Zur Darstellung von m-Oxy-o-sulfobenzaldehyd wird nach Angabe der Far-

benfabriken vorm. Fr. Bayer & Co. (D.R.P. No. 105 006) die Benzylidenverbindungen des m-Oxybenzaldehyds durch Behandeln mit rauchender Schwefelsäure oder deren Ersatzmitteln in Sulfosäuren übergeführt und diese der Spaltung unterworfen.

5 k scharf getrocknetes und fein gepulvertes m-Oxybenzylidenanilin werden unter Kühlung und gutem Rühren in 30 k rauchende Schwefelsäure von 65 Proc. Anhydridgehalt allmählich eingetragen, wobei Lösung stattfindet. Es wird nun so lange auf 40 bis 50° erwärmt, bis in einer auf Eis gegossenen Probe durch Ausziehen mit Äther kein m-Oxybenzaldehyd mehr nachweisbar ist. Die Sulfurierungsmasse wird hierauf auf Eis gegossen, wobei sich die gebildete Sulfanilsäure zum grössten Theil abscheidet. Es wird hiervon abfiltrirt, das Filtrat gekalkt und die Sulfosäuren durch Umsetzen der Kalksalze mit Soda in ihre Natriumsalze übergeführt. Neben m-Oxy-o-sulfobenzaldehyd enthält die Lösung der Natronsalze den in Lösung gebliebenen Theil der Sulfanilsäure und die gebildete Disulfanilsäure. Für die meisten in Betracht kommenden Zwecke kann diese Lösung direct Verwendung finden, ohne dass es nöthig ist, den Aldehyd zu isoliren. Zur Trennung des m-Oxy-o-sulfobenzaldehyds von den beigemengten Sulfosäuren kann man das zur Trockne verdampfte Gemenge der Natronsalze der fractionirten Krystallisation aus verdünntem (80 proc.) Alkohol unterwerfen.

Das Natronsalz des m-Oxy-sulfobenzaldehyds ist in Wasser und heissem 80 proc. Alkohol leicht löslich. Bei der Condensation mit aromatischen Aminen und deren Sulfosäuren, z. B. mit Dimethylanilin, mit Methylbenzylanilinsulfosäure u. s. w., erhält man Leukoverbindungen, die bei der Oxydation alkaliechte blaugrüne Farbstoffe geben. Mit Methylbenzylanilin liefert der so hergestellte Aldehyd ein ziemlich schwer lösliches Condensationsproduct. Da auch der daraus erhaltliche Farbstoff nahezu unlöslich ist, so ergibt sich, dass in dem Aldehyd nur eine Sulfogruppe enthalten ist. Dass diese Sulfogruppe sich in Orthostellung zur Aldehydgruppe befindet, geht daraus hervor, dass die mit Hülfe von aromatischen Aminen und deren Sulfosäuren erhaltenen Condensationsverbindungen bei der Oxydation alkaliechte blaugrüne Farbstoffe liefern.

Isatin und Indigoleukoverbindungen der Badischen Anilin- und Soda-fabrik (D.R.P. No. 105 102). Bekanntlich erhält man durch Erhitzen der verschiedenen aromatischen Glycine mit Alkalien und al-