

kühlt, als die Natur der dort zu gewinnenden Fraction verlangt.

Die Ableitung der ersten Fraction erfolgt von der Condenskammer des ersten Condensators, und die Ableitung der übrigen Fractionen (mit Ausnahme der letzten) von den betreffenden Kühlräumen, in welchen sie rectificirt werden, durch aufsteigende Knierohre *ryz*, deren Scheitelhöhe nach dem Stande der betreffenden Flüssigkeiten in den Kammern, der Grösse derselben, dem im Innern herrschenden Druck u. s. w. bemessen ist. Diese Rohre führen zu gewöhnlichen, durch kaltes Wasser oder sonstwie gekühlten Schlangenrohren *MNO TV*, Kanälen oder Kammern, welche die condensirten Fractionen in Auffanggefässe leiten. Werden die Fractionen in der angegebenen Weise abgezogen, so müssen die absteigenden Schenkel der Ableitungsrohre einen grösseren lichten Durchmesser als die aufsteigenden haben, damit beim Abfließen der Flüssigkeit jede Saugwirkung vermieden wird.

Der Verdampfer besteht aus einem Kessel *A*, dessen Grösse sich hauptsächlich nach der Dampfdichte der zu destillirenden Flüssigkeit richtet und welcher von allen Seiten gleichmässig von der Feuerung *D* aus auf die Temperatur erhitzt wird, welche zur Verdampfung aller oder der zu gewinnenden, destillirbaren Antheile der Flüssigkeit nothwendig ist. Diese wird mittels einer Pumpe *B* durch ein an der unteren Hälfte mit zahlreichen Öffnungen versehenes Schlangenrohr *C* oder einen anderen geeigneten Zerstreuer in den Verdampfer gepresst. Die Menge der eingepressten Flüssigkeit richtet sich nach der Grösse des Verdampfers und der Natur der betreffenden Flüssigkeit. Die destillirbaren Antheile verdampfen und werden durch ein am obersten Ende des Verdampfers befindliches Rohr *G* der Condensatorencolonne zugeführt. Der nicht destillirbare Rückstand sammelt sich im unteren Theile des Verdampfers an und wird vom Boden desselben aus durch eine Abflussvorrichtung *g* abgeleitet, deren Ausflussspunkt so hoch über dem Boden des Verdampfers ist, als das Niveau des Rückstandes und der Dampfdruck im Verdampfer verlangen. Der Druck der Pumpe muss die im Innern des Verdampfrohres auftretende Spannung überwinden können, um die Flüssigkeit gleichmässig und entsprechend ihrer Verdampfung dem Verdampfer zuzuführen. Enthält die zu verdampfende Flüssigkeit eine grössere Menge nicht destillirbarer Antheile, so ordnet man im Kessel *A* eine Pfanne *E* an, in welche diese Bestandtheile zuerst tropfen, um dann von hier durch das nach oben gebogene Ausflussrohr *b* auf den

Boden des Kessels *A* abzufließen. Die Destillationsrückstände bleiben je länger im Verdampfer, je schwerer sie die letzten destillirbaren Antheile abgeben.

Unorganische Stoffe.

Sicherheitssprengstoff. Nach F. Volpert (D.R.P. No. 106733) leisten zur Erhöhung der Wettersicherheit erfolgreiche Dienste die Salze der schwefligen, pyroschwefligen, Polyschwefel- und Polythionsäuren, sowie solche Salze der analogen Säuren des Selens, Tellurs, Phosphors, Siliciums und Antimons, einschliesslich der Metasäuren. Als Typen solcher Salze seien angeführt: Kaliumsulfat K_2SO_4 , Kaliumpyrosulfat $K_2S_2O_5$, Kaliumpyrosulfat $K_2S_3O_7$, Natriumthiosulfat $Na_2S_2O_3$, Baryumtrithionat $Ba_3S_3O_6$, Natriummetaphosphat $NaPO_3$.

Stellt man z. B. in üblicher Weise ein Sprengstoffgemisch her, bestehend aus:

- I. 91 Proc. Ammonsalpeter,
- 4 - Kalisalpeter,
- 5 - Harz

und vergleicht die Zündungsgrenze in der Schlagwetter-(Kohlenstaub-)versuchsstrecke mit einem Gemisch, bestehend aus:

- II. 82,73 Proc. Ammonsalpeter,
- 3,68 - Kalisalpeter,
- 4,60 - Harz,
- 8,00 - Natriumthiosulfat

so stellt sich bei Verwendung von paraffinirten Patronenhüllen heraus, dass der Sprengstoff I nicht 450 g Ladung bei unbesetztem Schuss in 9 Proc. Grubengasgemisch, ohne Gasexplosion zu gewärtigen, zulässt, der Sprengstoff II dagegen andstandslos Ladungen von 600 bis 700 g. Die Sprengkraft nimmt dabei nicht merklich ab; die bekannte Bleicylinderstauchprobe ergibt bei Anwendung von je 50 g dieser Sprengstoffgemische gleiche Stauchungen.

Die Erhöhung der Wettersicherheit wird durch den zuverlässigen Eingriff erwähnter und der analogen Salze bedingt, indem die Bildung von Kohlenoxyd und Stickstoff befördert wird, also in den Explosionsgasen möglichst das Auftreten von die Verbrennung weiter unterstützenden Verbindungen verhindert wird. Durch diese Einwirkung findet gleichzeitig eine Temperaturherabsetzung statt. Beides erschwert die Wetterzündung.

Empfehlenswerth ist häufig die gleichzeitige Anwendung von Cyandoppelsalzen, wie Kaliumeisencyanür und Kaliumeisencyanid, besonders in Fällen der Benutzung eines trägeren Kohlenstoffträgers, wie Harz oder Naphtalin. Die Salze werden in der Regel wasserfrei den betreffenden Spreng-

stoffen in der technisch üblichen Weise beigemischt, wofür folgende Beispiele erwähnt seien:

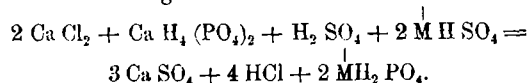
Ammoniumnitrat	85,0
Naphtalin	5,0
Kaliumsulfat	5,0
Kaliumeisencyanür	5,0
Kaliumnitrat	5,0
Ammoniumnitrat	75,0
Nitronaphtalin	10,0
Natriumthiosulfat	10,0
Nitroglycerin	27,0
Natronsalpeter	23,0
Kornmehl	40,0
Natriumpyrophosphat	10,0
Ammoniumnitrat	84,0
Naphtalin	5,0
Kaliumpyrosulfat	6,0
Kaliumeisencyanür	5,0
Ammoniumnitrat	88,0
Dinitrobenzol	2,0
Harz	4,0
Baryumtrithionat	4,0
Kaliumeisencyanid	2,0
Nitroglycerin	30,0
Kohle	6,0
Kornmehl	30,0
Kalialpeter	22,0
Natriummetaphosphat	6,0
Natriumpyrophosphat	8,0

Verfahren zur Herstellung eines mit mehreren Längskanälen versehenen Stranges aus plastischen, colloidalen Explosivstoffen von R. Ch. Schüpphaus (D.R.P. No. 106 057) ist dadurch gekennzeichnet, dass das Material der erforderlichen Plasticität in einer mit Kernen ausgestatteten Kammer einer gleichmässigen Zusammenpressung unterworfen wird, sodass die Bewegung der Masse möglichst in der Längsrichtung der Kerne erfolgt. Zur Ausführung des Verfahrens dient eine Presse, gekennzeichnet durch eine Kammer, in der Kerne derart angeordnet sind, dass das durch Öffnungen des Kernträgers eingeführte Material unter beständiger Fortbewegung in Längsrichtung der Kerne zusammengepresst wird.

Herstellung von Alkaliphosphaten aus den sauren Kalkphosphatlaugen der Leimfabrikation. Wenn man nach L. Büchner (D.R.P. No. 107 511) aus salzsäuren Lösungen von Kalkphosphat in bekannter Weise mit Alkalisulfat eine Monoalkaliphosphatlösung herstellt (und diese, falls es sich um das Natriumsalz handelt, mit Soda- oder Natronlauge neutralisirt), so ist die erhaltene Lauge nicht auf dem üblichen Wege durch Auskrystallisiren verarbeitbar, weil im Verhältniss von Alkaliphosphat zu viel Alkalichlorid vorhanden

ist. Dies Verhältniss lässt sich nun zu Gunsten der Phosphorsäure verschieben, 1. indem man Alkalibisulfat und Schwefelsäure als kalkscheidendes Mittel auf die Abfalllauge wirken lässt und die regenerirte Säure wiederholt als Extractionsmittel für Kalkphosphat benutzt; oder 2. indem man die Abfalllauge, wie sie bisher bekannt war, oder die nach 1 erhaltene schon angereicherte Lauge mit Präcipitat und Alkalibisulfat digerirt in dem Verhältniss, dass aller Kalk als Sulfat sich abscheidet und die Phosphorsäure als Monoalkaliphosphat in Lösung erhalten wird. Ob in der Praxis mit oder ohne Wiederbildung der Salzsäure zu arbeiten ist, wird im Wesentlichen vom Preise der Salzsäure abhängig sein.

Die Abfalllauge stellt eine Auflösung von Tricalciumphosphat $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ in Salzsäure dar, wenn man von dem kleinen Gehalt an Magnesiumphosphat und Calciumcarbonat absieht. Auf diese Lauge wirkt Alkalibisulfat und Schwefelsäure nach folgender Gleichung:



Wenn man dann das gebildete Calciumsulfat abfiltrirt, so kann man das Filtrat erneut auf Knochen als Extractionsmittel wirken lassen. Man erhält eine Lauge, welche die doppelte Menge Phosphorsäure gegenüber dem Chlorcalcium enthält. Die Kalkabscheidung und Wiederbildung von Salzsäure mittels des Alkalibisulfats und der Schwefelsäure und die wiederholte Anwendung der erhaltenen Filtrate als Extractionsmittel für Knochen und Hornschläuche erscheint praktisch zwei- bis dreimal ausführbar, weil bei jedesmaliger Wiederholung des Verfahrens eine Verdünnung eintritt, welche schliesslich die vorhandene Menge Salzsäure zu langsam wirken lässt.

Die Laugen werden nun, um eine weitere Verschiebung des Verhältnisses der Phosphorsäure zum Chlor ($\text{P}_2\text{O}_5 : \text{Cl}$) zu Gunsten der Phosphorsäure zu erreichen und weitere Mengen Alkalimonophosphat zu bilden, mit entsprechenden Mengen Präcipitat und Alkalibisulfat digerirt, so zwar, dass schliesslich alle Phosphorsäure als Alkalimonosulfat, aller Kalk als Calciumsulfat und die Salzsäure als Alkalichlorid vorhanden ist. Die erhaltenen Laugen werden, wenn es sich um das Kaliumphosphat handelt, eingedampft und das Salz durch Auskrystallisirenlassen gewonnen. Handelt es sich um das Natriumsalz, so neutralisirt man mit Soda, filtrirt und dampft zur Krystallisation ein.

Entfernung von Arsen aus arsenhaltigen Röstgasen. Lässt man nach Angabe des Vereins chemischer Fabriken (D.R.P. No. 106 715) arsenhaltige Röstgase durch eine rothglühende Schicht von eisenoxydhaltigen Materialien streichen, am zweckmässigsten Kiesabbrand, so wird das Arsen der Röstgase von den eisenoxydhaltigen Materialien technisch vollkommen zurückgehalten. In ähnlicher Weise wie Eisenoxyd können andere Oxyde dienen, welche, wie z. B. das Chromoxyd, mit den Oxydationsstufen des Arsens ähnliche feuer- und säurebeständige Verbindungen bilden, wie es diejenigen des Eisenoxyds sind. Die zur Zurückhaltung des Arsens benutzten Oxyde sind je nach der fortgeschrittenen Sättigung mit Arsen durch frische Oxyde zu ersetzen.

Organische Verbindungen.

Zur Herstellung von luftfreiem Fluoroform wird nach Valentiner & Schwarz (D.R.P. No. 106 513) das Entwicklungsgefäss *A* (Fig. 315) etwa bis zur halben Höhe schichtenweise mit Jodoform

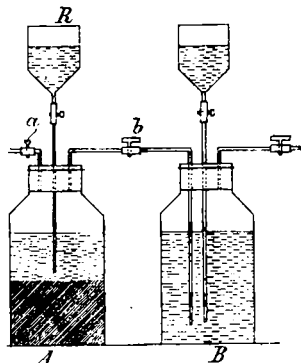


Fig. 315.

und Fluorsilber mit jedesmaliger Zwischenlage von Sand beschickt. Darauf wird durch Auffüllen des ganzen Gefässes mit Wasser alle Luft daraus verdrängt; die Hähne *a* und *b* werden geschlossen, während der Hahn zum Behälter *R* geöffnet bleibt. Sobald die wässrige Fluorsilberlösung durch den Sand bis zur ersten Jodoformschicht gedrungen ist, beginnt die Entwicklung von Fluoroform. Das Gas sammelt sich im oberen Theil des Gefässes und drückt ein entsprechendes Volumen Wasser in den Behälter *R*. Hat man auf diese Weise das Entwicklungsgefäss bis zur gewünschten Höhe unter Fluoroformatmosphäre gesetzt, so schliesst man den Behälter *R* ab, öffnet den Hahn *b* und setzt ebenso auch das mit Kupferchlorürlösung ganz angefüllte Wasch-

gefäss *B* und zuletzt das mit Wasser gefüllte zweite Waschgefäss unter Fluoroformatmosphäre. Darauf öffnet man die wie alle übrigen Leitungsröhren mit Wasser angefüllte Verbindungsröhre zum Gasometer, wo das luftfreie, chemisch reine Fluoroformgas aufgefangen wird. Die Entwicklung ist von Anfang bis zu Ende eine gleichmässig ruhige und kann durch Vermischen des Jodoforms mit Sand zur besseren Durchdringung für die wässrige Fluorsilberlösung beliebig geregelt werden.

Acidylmorphincarbonsäureester werden nach E. Merck (D.R.P. No. 106 718) dargestellt aus den Acidylmorphinen, z. B. Acetylmorphin, Propionylmorphin u. s. w., durch Behandeln mit Chlorkohlenestern und Alkali im molecularen Verhältniss. Man lässt beide Stoffe in der Kälte unter Umschütteln auf eine Suspension des Acidylmorphins in Benzol einwirken, indem man die berechnete Menge Alkalilösung immer nur in kleinen Antheilen zufließen lässt, um eine Spaltung des Acidylmorphins durch freies Alkali zu vermeiden. Die Umsetzung findet sofort beim Umschütteln statt und die gebildete neue Verbindung löst sich im Benzol, während das als Nebenproduct entstehende salzsaure Alkali in der wässrigen Lösung sich findet. Nach beendeter Reaction hebt man die Benzollösung ab, wäscht und trocknet sie und erhält nach dem Verdunsten des Lösungsmittels die Acidylmorphincarbonsäureester in fast reinem Zustande.

Zur Herstellung von Acetylmorphincarbonsäureäthylester wir z. B. 1 k Acetylmorphin fein gepulvert in 12 k Benzol suspendirt und dazu 330 g Chlorkohlensäureester zugefügt. In diese Flüssigkeit lässt man unter kräftigem Schütteln 161 g Kali in etwa 10proc. Lösung in kleinen Mengen zufließen. Wenn alles eingetragen, ist auch der Geruch nach Chlorkohlensäureäther verschwunden. Man lässt absetzen und hebt die Benzollösung ab. Nachdem man sie mit Wasser gewaschen und dann getrocknet hat, destillirt man das Benzol ab. Der Ester bleibt in fast reinem Zustande als feste krystallinische Masse zurück. Nach dem Umkrystallisiren aus der drei- bis vierfachen Menge absoluten Alkohols erhält man ihn in schönen glasglänzenden Nadeln oder Prismen, welche bei 150° schmelzen. Durch Behandeln der fein gepulverten Substanz mit der genau gemessenen Menge titrirter Salzsäure erhält man das salzsaure Salz in kleinen farblosen Nadeln, welche unter Gasentwicklung bei 185° schmelzen. Sie geben mit Platinchlorid ein Platinsalz, das in gelb-