

tung der Kammer aus dem System und der Abnahme und Wiederaufsetzung der Deckel, nur ungefähr 10 Minuten. Der von den Elektroden abfallende Staub wird von einem Förderwerk einer gemeinsamen, an den neun Kammern vorbeiführenden Förderschnecke zugeleitet, die sich in Wagen entleert.

Filterproben haben gezeigt, daß unter günstigen Arbeitsverhältnissen die Anlage 80—90% der in dem Gas schwelbenden Stoffe niederschlägt. Für die ganze Zeit, während welcher sie in Tätigkeit gewesen ist, hat sich der Durchschnitt etwas niedriger gestellt. Im vergangenen Frühjahr wurden 6—8 t in 24 Stunden niedergeschlagen. Die Menge der zu behandelnden Gase betrug zu jener Zeit 5660 bis 8495 cbm in der Minute; sie traten bei 100—150° in die Fällkammer ein.

Eine der größten Schwierigkeiten dieser Anlage bestand darin, die feinen Asbestfasern und Glimmerteilchen der Entladungselektroden leitfähig zu erhalten. Bei gewöhnlicher Zimmertemperatur nehmen sie genügend Feuchtigkeit aus der Luft auf und auch bei höheren Temperaturen, wenn die Gase Spuren von Schwefelsäure oder anderen leitfähigen Stoffen enthalten. Den hier zu behandelnden Gasen werden aber bisweilen durch ihren hohen und wechselnden Zinkoxydgehalt alle leitfähigen Stoffe entzogen, wodurch die Leitfähigkeit und Wirksamkeit der Elektrodenfasern stark beeinträchtigt wird. An der Beseitigung dieses Übelstandes wurde im vergangenen Frühjahr gearbeitet.

Die Balaklalahütte hat im letzten Sommer den Betrieb bis auf weiteres einstellen müssen, da sie der oben erwähnten gerichtsseitigen Verfügung, nämlich sämtliche festen Stoffe aus dem Hüttenrauch abzuscheiden, den Gehalt von Schwefeldioxyd nie über 0,75% steigen zu lassen und keinerlei Schaden zu verursachen, nicht buchstäblich hat nachkommen können. Die Hauptschuld trifft das Schwefeldioxyd. Die Cottrellsche Anlage hat sich dagegen durchaus bewährt. Sie hat ungefähr 135 000 Doll. gekostet.

Eine weitere Verwertung hat das Verfahren in den Riverside Portland Cement Works in Riverside im südlichen Californien gefunden, um den Staub aus den Ofengasen niederzuschlagen, der auf die benachbarten Orangengärten sehr schädlich wirkte. Die Anlage, die 100 000 Doll. gekostet hat, arbeitet zur Zufriedenheit und liefert als Nebenprodukt aus dem niedergeschlagenen Staub Kalidünger.

Auch zum Ausbringen von Bleiaus Kupferkonvertergasen wird das Verfahren neuerdings angewendet. Zum Auffangen des Staubes werden dabei keine ebenen Platten benutzt, sondern Röhren, in deren Mitte sich die Entladungselektroden befinden. *K. Pietrusky.* [A. 101.]

Über einen qualitativen Nachweis des Zirkoniums

von WILHELM BILTZ und WERNER MECKLENBURG.

(Eingeg. 29./7. 1912.)

In der älteren Literatur findet sich zum Nachweis des Zirkoniums in saurer Lösung Wasserstoffsuperoxyd vorgeschlagen¹⁾. Eine Nachprüfung dieses

Verfahrens führte schon vor längerer Zeit den einen der Vf. dieser Notiz zu der Erkenntnis, daß die Fällbarkeit des Zirkoniums durch dieses Reagens nicht dem Wasserstoffsperoxyd als solchem, sondern der den älteren Handelspräparaten von Wasserstoffsuperoxyd meist beigemengten Phosphorsäure eigentlich sei. Wie gelegentlich gesprächsweise konstatiert wurde, deckte sich diese Erfahrung mit der von Hillebrand, der zur Bestimmung geringer Mengen Zirkoniums in Gesteinen die Natriumphosphatfällung in saurer Lösung benutzt²⁾. Aber merkwürdigerweise scheint diese Hillebrand'sche Methode der Phosphatfällung für andere, z. B. qualitative Zwecke wenig bekannt und benutzt zu sein, obgleich sie in ganz spezifischer Weise eine schnelle und eindeutige Ermittlung kleiner Zirkonmengen gestattet³⁾. Auch in dem soeben erschienenen, ausgezeichneten Werke von R. J. Meyer und O. Hauser⁴⁾ findet man sie in diesem Sinne nicht zitiert.

Säuert man eine zirkoniumhaltige Lösung mit Salpetersäure oder Salzsäure stark an, fügt einige Tropfen Natriumphosphatlösung hinzu und erwärmt, so fällt ein weißes Hydrogel, das Zirkon und Phosphorsäure enthält. Über die Empfindlichkeit der Probe geben folgende Versuche einen Anhalt:

5 ccm der Lösung wurden mit 5 ccm konz. Salzsäure oder 5 ccm konz. Salpetersäure zum Sieden erhitzt und mit 2 ccm Natriumphosphatlösung (0,4 molar.) versetzt und nochmals aufgekocht

Molarität von ZrO_2

0,00050 deutlicher Niederschlag,
0,00025 Reaktion unsicher.

Ohne Säurezusatz hörte die Nachweisbarkeit schon bei 0,002 molar auf. Anwesenheit von Schwefelsäure verlangsamte die Reaktion sehr wesentlich.

Uns ist kein anderes an dieser Stelle der Analyse in Frage kommendes Element bekannt, das in stark saurer Lösung unter diesen Umständen einen Niederschlag gäbe. Eisen, Aluminium, die seltenen Erden, Thorium, Beryllium, Titan und Kieselsäure sind unwirksam.

Sehr bequem läßt sich der Nachweis im Maßstab der Lötrohrprobierkunst führen: Man schmilzt die auf Zirkonium zu prüfende Substanz in einer an einer Platindrahtspirale gehaltenen Sodaerle mit der oxydierenden Lötrohrflamme bei möglichst

²⁾ W. F. Hillebrand, Analyse der Silicat- und Carbonatgesteine. Deutsche Ausgabe von Ernst Wilke-Dörfurt. Leipzig 1910, S. 144. „Meine eigenen Versuche und diejenigen anderer, mit Wasserstoffsperoxyd allein das Zirkon aus der Lösung seiner Sulfate niederzuschlagen, waren erfolglos bis auf Fälle, wo in sehr starken Lösungen und mit 30%igem Wasserstoffsperoxyd gearbeitet wurde.“

³⁾ Arthur A. Noyes, William C. Bray und Ellwood B. Spear (J. Am. Chem. Soc. **30**, 516 [1908]) empfehlen den Nachweis des Zirkons neben Titan mittels Phosphorsalzes in schwefelsaurer Lösung. Nach unserer Erfahrung ist die Empfindlichkeit der Reaktion in salz- oder salpetersaurer Lösung wesentlich größer. (Anmerk. bei der Korrektur.)

⁴⁾ R. J. Meyer u. O. Hauser. Die Analyse der seltenen Erden und der Erdsäuren, Stuttgart 1912, S. 147 und 174—177.

¹⁾ Bailey, Liebig's Ann. **232**, 352 (1886).

hoher Temperatur ein, löst die gepulverte Perle in Salzsäure, kocht auf, filtriert und prüft die Lösung mit einem Tropfen Natriumphosphatlösung. Man ist somit in etwa 5 bis 10 Minuten über einen etwaigen wesentlichen Zirkongehalt der Probe unterrichtet. Bedingung ist natürlich, daß die Probe von vornherein nicht phosphorsäurehaltig war. Enthielt sie Zinn, so ist es sicherer, dieses zunächst aus der Lösung mit Schwefelwasserstoffwasser zu entfernen, den Ammoniakniederschlag nach den Regeln der qualitativen Analyse zu bereiten und dessen *salzaure* oder *selpetersaure* Lösung auf Zirkonium zu prüfen.

Was die Natur der Zirkonerde-Phosphorsäure-niederschläge anbetrifft, so ist genaueres darüber noch nicht ermittelt worden; es liegt aber wohl nahe, sie als Analoga der Zinnsäure-Phosphorsäureniederschläge aufzufassen, die als Adsorptionsverbindungen der beiden Komponenten erwiesen sind⁵⁾. Ein Ersatz der Zinnsäure durch saure Zirkonlösung bei der Phosphorsäureabscheidung im Gange der Analyse ist, wie Versuche ergeben haben, möglich; nur muß man sich damit befrieden, das überschüssige Zirkonium nachträglich zu entfernen, oder bei der Trennung seine Anwesenheit neben dem Eisen mit in Kauf zu nehmen.

[A. 164.]

Clausthal i. H., Chem. Labor. der Bergakademie.

Waschen und Absorbieren von Gasen mit Hilfe von Flüssigkeitsstrahlen.

Vorläufige Mitteilung.

Von Dr. OSKAR NAGEL, Wien.

(Eingeg. 29.6. 1912.)

Das Gegenstromprinzip beherrscht heute fast alle Vorgänge, in welchen Gase mit Flüssigkeiten gewaschen oder durch dieselben absorbiert werden, sowie diejenigen, in welchen eine Reaktion zwischen Gasen und Flüssigkeiten erzielt werden soll. Bis vor kurzem war diese Bevorzugung des Gegenstromprinzips wohl berechtigt, weil es bei den bisherigen technischen Hilfsmitteln dem Gleichstromprinzip in jeder Hinsicht überlegen war. Durch die Vervollkommenung der Strahlapparate aber haben sich diese Beziehungen einigermaßen verschoben, so daß das Gleichstromprinzip infolge der durch die Strahlapparate gebotenen Vorteile, wie Handlichkeit, Raumersparnis usw. wieder zu Ehren kommen wird.

Die Urtype des Flüssigkeitsstrahlapparates, die Wasserstrahlpumpe, ist allgemein bekannt. Sie ist in fast jedem Laboratorium zu finden und wird daselbst als Vakuumpumpe verwendet, also zur Bewegung von Gasen. Die Saugwirkung dieses Apparates wird dadurch hervorgerufen, daß ein Wasserstrahl mit großer Geschwindigkeit aus einer engeren in eine weitere Düse übertritt. Was die Intensität dieser Saugwirkung, also den Wirkungsgrad dieses Apparates als Gasbewegungsmaschine anlangt, so ist dieselbe sehr gering, indem der weit größere Teil der im bewegten Strahle enthaltenen Energie in und zu der Bildung eines Wirbels, der sich in und besonders zwischen den Düsen abspielt, verbraucht wird.

⁵⁾ Werner Mecklenburg, Z. anorg. Chem. 74, 215 bis 221 (1912).

Will man daher einen Strahlapparat zweckmäßig, also mit möglichst großem Nutzeffekte, verwenden, so muß vor allem dieser Wirbel also die intensive Vermischung der im Apparate zusammengetretenen Medien ausgenutzt werden. Mit anderen Worten, die Flüssigkeitsstrahlapparate sind in erster Linie Mischmaschinen und erst in zweiter Linie Transportmaschinen. Und diese Flüssigkeitsstrahlapparate sind es, welche vorteilhafterweise die Einführung des Gleichstromprinzipes gestatten, zumal da in den letzten Jahren die Strahlapparate sowohl in bezug auf Konstruktion als auch in bezug auf Leistungsfähigkeit bedeutende Verbesserungen erfahren haben.

Einer dieser modernen, wirkungsvollen Strahlapparate, den ich hier als Beispiel anführen will, ist der Koerting'sche Wasserstrahlkon-

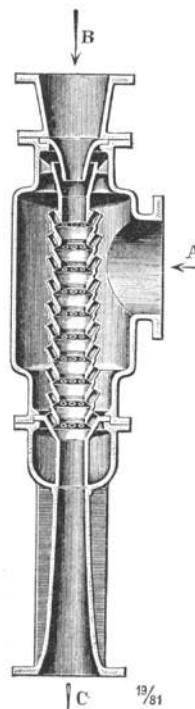


Fig. 1.

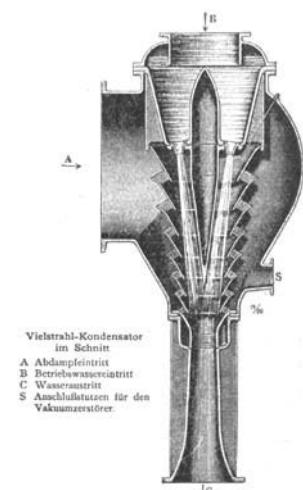


Fig. 2.

densator, der sowohl als einstrahliger als auch als vielstrahliger Apparat gebaut wird. Die vielstrahlige Type ist infolge der größeren Oberfläche des von ihr erzeugten Strahles die wirksamere. Bisher sind diese Apparate ausschließlich als Kondensatoren in Dampfkraftanlagen verwendet worden, indem der Abdampf in den wirksamen Strahl hineingezogen und dadurch zugleich ein Vakuum erzeugt wurde. Ebendiese Maschinen können als Gasabsorptionsapparate verwendet werden, wobei an Stelle des Wasserstrahles *irgendein Flüssigkeitsstrahl* und an Stelle des Dampfes *das zu absorbierende Gas* verwendet wird.

Im einfachen Strahlenkondensator, Fig. 1, läuft das Wasser, welches vorteilhafterweise einen Druck von ca. 4 Atm. haben soll — zur Beförderung des Wassers werden vorteilhafterweise Zentrifugalpumpen verwendet — vertikal von oben nach unten in Form eines zentralen Strahles durch den Apparat, während der Abdampf durch die seitliche Öffnung eingesogen wird und durch die schief in das Strahlrohr eingeschnittenen Öffnungen zum wirksamen Wasserstrahl tritt. Der Wasserverbrauch dieser ~~Vierecken-Mischanlage~~ von 60—17 000 Litern.