

Production mit Recht erschrecken. Das ist aber ganz unnöthig, denn Hasenclever's (ganz richtige) Angabe gilt in Wirklichkeit nur für eine einzige Fabrik, die Newcastle Chemical Works, welche allerdings an Gesamtkosten, einschliesslich Grund und Boden, Eisenbahn und Fabrikgebäuden mit einer Grundfläche von 4 acres (1,6 ha) die oben genannte Summe ausgegeben haben soll. Diese Summe wird aber auch in England selbst, wie ich an Ort und Stelle gefunden habe, für ungeheuerlich angesehen. Ich bin im Stande, folgende ganz authentische, aus bester Quelle stammende Angaben über die wirklichen Anlagekosten des Chance-Verfahrens in der grossen Mehrzahl der englischen Fabriken zu machen. Man kann rechnen, dass diese Kosten, abgesehen von der Einrichtung für das Claus-Verfahren, für eine Fabrik, welche wöchentlich (in 6 Tagen) 300 t Sulfat in Soda umwandelt, sich auf 120 000 Mk. belaufen; bei 400 t Sulfat die Woche kommt man auf 160 000 Mk., bei 500 t Sulfat auf 200 000 Mk., also überhaupt für 1 t Sulfat die Woche je 400 Mk. Anlagekosten; unter 300 t Sulfat jedoch verhältnissmässig etwas mehr, weil natürlich gewisse Kosten sich immer gleich bleiben. Immerhin kann ich einen Fall erwähnen, in welchem für Behandlung des Rückstandes von wöchentlich 200 t Sulfat die gesamten Anlagekosten, einschliesslich der Gebäude, zwischen 80 000 und 100 000 Mk. betrugen. Wer also sich nur auf Schwefelsäure-Fabrikation einrichten wollte, brauchte diese Summe nicht zu überschreiten.

Will man Schwefel machen, so kommt allerdings eine nicht unbedeutende Summe für den Claus-Ofen, Gasuhren, Sublimirkammern und Condensationsapparate für die hinter diesen entweichenden Mengen von  $H_2S$  und  $SO_2$  hinzu.

Noch ein letztes Wort sei mir über diesen Gegenstand gestattet. In Deutschland ist auf das Chance-Verfahren kein Patent ertheilt worden, während das internationale Preisgericht in Paris, in welchem unter Anderen Scheurer-Kestner, Kolb, Leguin (von St. Gobain), Knieder (von Malétra), Frémy, Schloesing sassen, für jenes Verfahren einstimmig den „Grand Prix“ bewilligte, also demselben den Rang einer epochemachenden Erfindung zusprachen. Das deutsche Patentamt muss sich doch recht geirrt haben! Kann man es bei dieser Gegenüberstellung den Ausländern verdenken, wenn sie immer und immer wieder über Parteilichkeit des deutschen Patentamtes gegenüber nicht-deutschen Erfindern Klagen erheben? Ich für meinen Theil habe

das Meinige gethan, um diese Klagen zu entkräften; in einer Zuschrift an das „Chemical Trade Journal“ (No. 93, vom 2. März 1899, S. 137) habe ich nachzuweisen gesucht, dass die Klagen über allzustrenge Handhabung des deutschen Patentgesetzes zum Theil unberechtigt sind, zum anderen Theile aber gerade ebenso gut von den deutschen Erfindern selbst erhoben werden, und dass nach meiner Ansicht in Berlin keinerlei Parteilichkeit zum Nachtheil der Ausländer stattfindet. Dass beide, Deutsche wie Ausländer, in gleichem Maasse Grund zu klagen haben, konnte ich nicht leugnen. Die in den letzten Jahren immer „schneidiger“ werdende Praxis des deutschen Patentamtes ist unvereinbar mit einer vollen Anerkennung des Principes, welches dem ganzen Patentgesetze zu Grunde liegt, und muss früher oder später schwere Nachtheile zeitigen. Dass mit dem Grundsatz der Vorprüfung eine liberalere Praxis sehr gut vereinbar ist, zeigt das Beispiel von Nordamerika. Hoffen wir, dass bei der in Aussicht gestellten Neuregelung des deutschen Patentwesens die Erfahrungen der letzten Jahre berücksichtigt und der Erfinder nicht mehr wie ein polizeilich Verdächtiger behandelt werde!

### Über die Fällung von Thonerde und Eisenoxyd mit Ammoniak.

Von

G. Lunge.

Bekanntlich wird gewöhnlich die Fällung von Thonerde und Eisenoxyd mit Ammoniak in der Art vorgenommen, dass man einen kleinen Überschuss des letzteren zusetzt und nun die Flüssigkeit so lange kocht, bis das freie Ammoniak so gut wie vollständig ausgetrieben ist. Fresenius hat darauf aufmerksam gemacht, dass diese Operation in einer Platinschale oder allenfalls in einer guten Porzellanschale vorgenommen werden muss, weil Glas dabei merklich angegriffen wird. Man nimmt sie überhaupt vor, weil der Niederschlag in freiem Ammoniak nicht ganz unlöslich ist; übertreibt man aber das Kochen, so kann auch etwas Salmiak zerersetzt werden und dann die freiwerdende Salzsäure erst recht Thonerde bez. Eisenoxyd in Lösung führen; dies muss also vermieden werden, was aber recht schwer ist, weil ein schwacher Geruch nach Ammoniak

immer vorhanden ist. Ein weiteres Erforderniss ist es, den Niederschlag anhaltend vor dem Gebläse zu glühen, bis keine Gewichtsabnahme mehr stattfindet.

Der Grund der letzteren, durchaus richtigen Vorschrift ist der, dass bei der oben angegebenen Art der Behandlung der Niederschlag hartnäckig Schwefelsäure zurückhält, natürlich in Form unlöslicher basischer Sulfate. Ich hatte schon vor kurzem gezeigt (S. 475 d. Z.), dass dieser Übelstand, welcher bei meiner Pyritschwefel-Bestimmungsmethode störend auftreten würde, vollkommen vermieden werden kann, wenn man die Fällung mit einem schwachen Überschuss von Ammoniak vornimmt, dann aber diesen nicht wegkocht, sondern die Flüssigkeit nur etwa 10 Minuten gelinde erwärmt, eben nur bis zum guten Absetzen des Niederschlages, ehe man filtrirt. Auch hatte ich dort auf die zweckmässigste Art des Auswaschens aufmerksam gemacht. Unter diesen Umständen geht nicht eine Spur von Schwefelsäure in den Niederschlag ein.

Andererseits wäre es jedoch möglich, dass bei nicht vollständigem Wegkochen des Ammoniaks eine Spur von Eisen oder Thonerde in Lösung gehen könnte, was zwar nicht die Schwefelbestimmung, wohl aber diejenige der Basen beeinflussen könnte. Nun hat zwar Fresenius in dem letzten Theile der 6. Auflage seiner Quantitativen Analyse (Bd. II, S. 807) ausdrücklich erwähnt, dass in Gegenwart von Salmiak selbst bei Überschuss von Ammoniak keine Spur Thonerde in Lösung geht; aber es scheint, dass diese Angabe, welche freilich nicht zu der viele Jahre älteren in Bd. I, S. 242 stimmt, in der das Wegkochen des Ammoniaks vorgeschrieben ist, meist noch übersehen wird. Allerdings hat L. Blum (Z. anal. 27 S. 19) hierauf sehr bestimmt hingewiesen und hat gezeigt, dass im Gegentheil bei Befolgung der gewöhnlichen (also auch der älteren Fresenius'schen) Vorschrift ganz grobe Irrthümer durch Auflösung von Thonerde entstehen können. Blum schreibt also Zusatz von Salmiak und entschiedenem Überschuss von Ammoniak ohne anhaltendes Kochen vor, gerade wie ich selbst es seit vielen Jahren überhaupt und im Besonderen bei meinen Pyritanalysen zur Entfernung des Eisens angewendet hatte. Es blieb aber noch ein Punkt zur Entscheidung übrig: ob nämlich die Vorschrift des anhaltenden Glühens vor dem Gebläse bei Befolgung des neueren Verfahrens unnöthig ist oder nicht. Versuche zur Entscheidung der Frage wurden von Herrn H. Rey in meinem Laboratorium in sehr sorgfältiger Weise ausgeführt,

und zwar wie folgt. Von käuflicher schwefelsaurer Thonerde von guter Qualität wurden mehrere Muster analysirt, indem die Lösung zuerst mit Salzsäure, dann mit Ammoniak in nicht zu grossem Überschusse versetzt und dadurch Thonerde und Eisenoxyd ausgefällt wurde. Hierzu wurde eine grosse Platinschale benutzt. Bei den Versuchen a, b und c wurde mit deutlichem Überschuss von Ammoniak, das vorher ganz kohlenstofffrei gemacht worden war, gefällt, bei d aber bis zur Austreibung fast allen Ammoniaks (etwa  $\frac{1}{2}$  Stunde) gekocht. In den Fällen a und b wurde der Niederschlag vor dem Gebläse, bei c nur mit dem Muencke'schen Patentbrenner geglüht; bei d zuerst mit diesem, dann vor dem Gebläse. Das Ergebniss war, dass in allen Fällen ganz gleiche Resultate erhalten wurden, bei d aber nur, nachdem das Glühen sehr anhaltend fortgesetzt worden war. Es fand sich nämlich (nach Abzug des Eisenoxyds) der Thonerdegehalt in

- a) 15,77 Proc.
- b) 15,86 „
- c) 15,88 „
- d) 15,87 „

Den Fortschritt der Glühung bei d zeigen die folgenden Zahlen:

mit Muencke-Brenner	14,2821
	14,2817
	14,2813
	14,2814
	14,2813
vor dem Gebläse	14,2806
	14,2800
	14,2799
	14,2798

Nach diesen Versuchen von Rey stimmen die Ergebnisse beider Methoden überein; man wird aber nicht anstehen dürfen, die auch von Blum vorgeschriebene Methode der Anwendung eines entschiedenem Überschusses von Ammoniak (bei Gegenwart von Salmiak) ohne längeres Kochen als entschieden besser zu empfehlen, denn 1. ist sie nicht mit der Möglichkeit behaftet, durch Übertreibung des Kochens Salmiak zu zersetzen und dadurch Thonerde bez. Eisen wieder in Lösung zu bringen; 2. ist die Fällung und das Auswaschen weniger zeitraubend (letzteres, weil der Niederschlag weniger schleimig ist); 3. fällt die Nothwendigkeit des längeren Glühens vor dem Gebläse und wiederholter Wägungen fort, weil der Niederschlag von vornherein frei von Schwefelsäure ist.