

jener Zeit noch nicht. Dagegen wurde er später bekannt mit dem in Wien lebenden ungarischen Kaufmann Stephan Römer, welcher das Patent auf die Erfindung erhielt und Irinyi durch eine geringe Abfindungssumme entschädigte. In Kürze wurden bereits auf allen Strassen der österr. Hauptstadt die Zündhölzer verkauft. Die Fabrikanten gelangten zu grossen Reichthümern, Irinyi dagegen lebte vor kurzer Zeit noch in dem Dörfchen Bertesl, Biharer Comitatz, in dürftiger Zurückgezogenheit. Ein noch lebender Jugendbekannter des Erfinders, Amtsvorsteher Karl Ludwig zu Trebbin, Kreis Teltow, der früher als Rittergutsbesitzer in Helenenthal bei Woischnik, Oberschlesien, ansässig war, studirte zu derselben Zeit am Wiener Polytechnikum Chemie und bestätigte obige Angaben folgendermaassen:

„Im Jahre 1835 hörte ich unter Prof. Paul Traugott Meissner am Wiener Polytechnikum Chemie. Der Professor trug eines Tages vor, dass wenn Bleihyperoxyd (braunes Bleioxyd) mit Schwefel in einer Reibschale zusammengerieben wird, leichte Detonationen unter Lichterscheinung erfolgen. Von allen Zuhörern war Irinyi der einzige, welcher mit lebhaftem Interesse diesen Vorgang beobachtete, in der richtigen Erwägung, dass, wenn statt des Schwefels Phosphor mit braunem Bleioxyd in Verbindung gebracht werden könnte, ein weit kräftigerer Entzündungsprocess entstehen müsste. Irinyi kam mehrere Tage lang nicht in die Vorlesung. Ich wollte ihn besuchen, fand indess seine Thür verschlossen. Bei Nennung meines Namens rief der biedere Ungar mir zu: „Geh' weg Schwab', ich mach' eine Erfindung“. Anderen seiner Bekannten erging es nicht besser — auch sie wurden nicht eingelassen. Nach einigen Tagen erschien er wieder in der Vorlesung, alle Taschen gefüllt mit seinen Zündhölzchen, strich mit diesen an den Wänden herum, und ein jedes fing Feuer. Ihm war es gelungen, durch Granulation den Phosphor in Banden zu schlagen und als Zündstoff verwendbar zu machen. Der Phosphor wurde in concentrirter Gummilösung geschmolzen und so lange geschüttelt, bis die ganze Lösung erkaltet und der Phosphor in derselben als feiner Staub vertheilt war. In diese Gummi-Phosphor-Emulsion wurde braunes Bleioxyd gemengt und die zuvor in schmelzendem Schwefel getauchten Hölzchen in dieselbe eingetaucht. Irinyi verkaufte seine Erfindung an den späteren Zündholzfabrikanten Stephan Römer in Wien, wohnhaft am Lobkowitzplatz, für 7000 Gulden. Dieser unerwartete Gewinn verschaffte dem jugendlichen Erfinder ein allzuvergnügtes Leben, was nicht zu seinem Vortheile gereichte. Irinyi mochte damals 2 Jahre älter sein als ich, der ich damals 17 Jahr alt war und heute 77 Jahre zähle. Nach langen Jahren, etwa 1849, traf ich ihn in Prag, wo er mir mittheilte, dass er Lehrer der Chemie an der landwirthschaftlichen Akademie zu Ungarisch-Altenburg sei. Ich wünsche, dass diese Mittheilungen Herrn

Irinyi zur Kenntniss kommen nebst herzlichem Gruss von seinem alten Collegen.“

Soweit mein Gewährsmann, Herr Ludwig.

Nitrocellulosehaltiges Filtrirpapier.

Von

E. Cramer.

Jeder, der mit analytischen Arbeiten zu thun hat, empfindet es schwer, dass das Veraschen von Filtern bei vielen Niederschlägen nur langsam, bei andern nur unter Zuhilfenahme von salpetersaurem Ammoniak zu bewirken ist.

Dieser Übelstand wird vermieden, wenn die zum Filtrirpapier verwendete Cellulose ganz oder nur theilweise nitriert wird. Einfacher ist es jedoch, Filtrirpapier aus einem Gemisch von Cellulose und Nitrocellulose herzustellen.

Das nitrocellulosehaltige Filtrirpapier filtrirt schneller als Cellulosepapier, weil die Nitrocellulose keine Neigung zum Verfilzen hat. Das Veraschen der reinen Nitrocellulosefilter erfolgt momentan, weshalb die Filter aus einem Gemisch von Cellulose mit Nitrocellulose für analytische Arbeiten vorzuziehen sind. Die Vorzüge, welche ein solches Filtrirpapier besitzt, sind folgende: die schon früher zum Filtriren benutzte Nitrocellulose wird in eine handliche, für analytische Zwecke brauchbare Form in Gestalt von Papier gebracht. Durch Zusatz von Cellulose zur Nitrocellulose lässt sich die Verbrennungszeit reguliren. Das Verfilzen des mit Nitrocellulose hergestellten Papiers ist sehr gering. Das nitrocellulosehaltige Papier ist weniger hygroskopisch.

Berlin N. W. 5.

Brennstoffe, Feuerungen.

Koks of en. Th. Bauer (D.R.P. No. 73 701) will das aus einer Koksofengruppe verfügbare Rohgas in einer für die Ofenerhitzung nothwendigen Menge im Ofen selbst verwenden und den Überschuss zur anderweitigen Verwendung ausserhalb der Ofengruppe vor der Zusammenführung mit Luft den Öfen entziehen. Bei indirectem Betrieb (mit Condensation) saugt man die Rohgase aus den Öfen und benutzt von den gereinigten Gasen durch Rückleitung zu den Verbren-

nungsräumen der Öfen so viel, als nöthig ist, um die Öfen in genügend heissem Betrieb zu erhalten. Dieses soll für Öfen mit directem Betrieb (ohne Condensation), bei welchen bisher das gesammte Rohgas mit dem nöthigen Luftzuschuss innerhalb der Öfen verbrannt werden musste und dann nach Durchziehung unvorthellhaft grosser Verbrennungsräume als mehr- oder minderwerthiges Abgas zu etwaiger weiterer Verwendung ausserhalb der Öfen in den Abzugskanal gelangte, von Wichtigkeit sein, da hier nur die für die Ofenerhitzung nothwendige Rohgasmenge mit der entsprechend geringeren Luftmenge zur Verwendung gelangt. Zur Gewinnung dieses Rohgasüberschusses aus den Sammelräumen sind an den vier Ecken der Ofengruppe mit

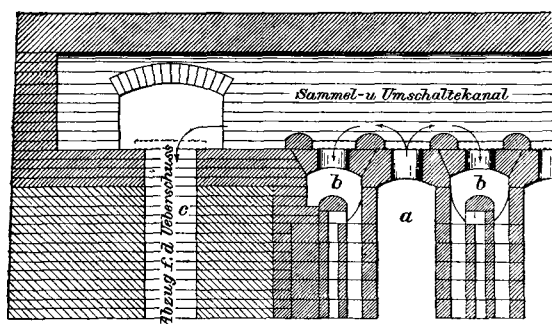


Fig. 90.

Register regelbar eingerichtete Abfallkanäle *c* (Fig. 90) angeordnet, welche aus den Gas-sammelkanälen entweder in die Abzugskanäle der Abgase münden oder zu denjenigen Betrieben direct weitergeführt werden können, bei welchen die weitere Ausnutzung der Rohgasüberschüsse stattfinden soll.

Künstlicher Brennstoff von A. George (D.R.P. No. 74 194) besteht aus Hausmüll oder Küchenabfällen, durch palmitinsäure Thonerde verdicktem Mineralöl und aufgelöstem Harz.

Zur Herstellung von Briketts aus Sägespänen will W. Heimsoth (D.R.P. No. 74 511) die Spähne so weit erhitzen, dass die harzigen Bestandtheile weich werden, und sie darauf in diesem Zustande ohne Beimischung in Formen zusammenpressen.

Füllvorrichtung für Streichholzschachteln von J. van Landuyt (D.R.P. No. 74 266). — Vorrichtung zur Herstellung von Zündhölzern von A. Roller (D.R.P. No. 73 450); desgl. Verfahren zum Entleeren von Tunkrahmen (D.R.P. No. 73 513).

Hüttenwesen.

Fluss- oder Reinigungsmittel für Eisen und Stahl. Die Beschreibung des Verfahrens möge wörtlich folgen:

Das als Basis des Flussmittels dienende Eisen oder Stahl wird in einem Tiegel so lange erhitzt, bis es einen knetbaren Zustand erreicht hat. Nunmehr wird das Kochsalz in Pulverform oder in Stücken zugesetzt und in das Metall hineingerührt, so dass eine innige Mischung von plastischem Metall und Chlornatrium entsteht. Der Zusatz von Kochsalz beträgt 10 bis 20 Pfund auf 1 Centner Metall.

Der Tiegel wird hierauf zugedeckt und allmählich unter Anwendung grosser Sorgfalt einer intensiven Hitze ausgesetzt, bis man das Natrium auf der Oberfläche des Metalles brennen sieht. Sobald man aber diese Wahrnehmung macht, nimmt man den Tiegel aus dem Ofen und rührt den Inhalt des Tiegels nochmals sorgfältig durch, worauf man ihn so kühl als irgend möglich ausgiesst. Am zweckmässigsten giesst man den Inhalt des Tiegels in Barren von entsprechendem Gewicht.

Diese so erhaltenen Barren dienen dann als Flussmittel bez. Reinigungsmittel für Eisen und Stahl und können sowohl in Tiegeln wie in Stich-(Gebläse-)Öfen oder auch auf offenem Herde zur Verwendung gelangen. Das genaue Verhältniss des zu benutzenden Mittels schwankt zwischen 1 und 10 Proc. des Gewichtes des zu schmelzenden Metalles.

Zum Tempern von Eisengegenständen werden dieselben nach K. v. Querfurth (D.R.P. No. 74 367) in breiartige, mit Bindemitteln (Lehm, Kalk o. dgl.) versetzte Tempermaterialien eingepackt, wonach das Gauze getrocknet wird, so dass beim Tempern Tempergefässe entbehrlieh sind, und das Verziehen der Gussstücke verhindert wird.

Der Ofen zum Wärmen vorzugsweise von Flusseisenblöcken hat nach R. M. Daelen (D.R.P. No. 74 484) je eine vom Herdraum abgesonderte Vorkammer an jedem Ende des Herdes, welche mit aufdrehbaren, selbstthätig zufallenden Klappen versehen sind.

Bei der Verarbeitung kupfer-, eisen- und manganhaltiger Geschicke nach Pat. 56 024 ist nach W. Stahl (D.R.P. No. 74 490) gefunden, dass man bezüglich des Kupferausbringens zu günstigen Ergebnissen gelangt, wenn man dem Röstgut nach dem Chlorirungsprocesse und der Behandlung mit Nitraten noch ein Gemenge von Eisenkies, Kochsalz und Salpeter einrührt und bis zur Beendigung der Reactionen weiter röstet. Die schwer zersetzbaren krystallinischen oder pyrogenen Schwefelverbindungen des Kupfers sind in Sauerstoffverbindungen übergeführt,

deren Kupfer durch die neu eingeleiteten Reactionen vollkommener chlorirt und löslich gemacht wird, wobei eine erhebliche Zersetzung der Eisen- und Manganverbindungen ausgeschlossen bleibt. Es erfolgen aus dem Röstgut durch Extraction der löslichen Verbindungen mittels schwach saurer Laugen kupferhaltige Laugen, sowie Extractionsrückstände, die neben hohen Eisen- und Mangangehalten nur noch unbedeutende Kupfergehalte führen und zur Darstellung von manganhaltigem Eisen geeignet sind.

Chlorirungsvorrichtung für feinkörnige Edelmetallerze von J. W. Sutton (D.R.P. No. 73 904). Der Chlorentwicklungsapparat *A* (Fig. 91) kann auch anders eingerichtet sein. Der Vermischungsapparat *B* besteht aus dem mit Blei gefütterten Eisenblechcylinder *B*₁, in welchem die mit Por-

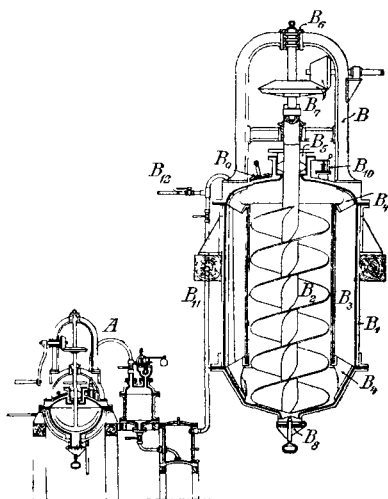


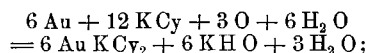
Fig. 91.

zellan oder Blei abgedeckte Schnecke *B*₂ sich dreht. Diese ist von einem cylindrischen Mantel *B*₃, der bei *B*₄ aufgehängt ist, umgeben. Die Schneckenspindel wird in dem Zapfen *B*₆ und der Stopfbüchse *B*₅ geführt und erhält ihre Drehung durch ein kegelförmiges Getriebe *B*₇. *B*₈ ist die Entleerungsklappe, während durch *B*₉ das Material aufgegeben wird. *B*₁₀ ist ein Ablassventil, *B*₁₁ das zum Chlorapparat führende Rohr, welches auf dem Boden des Mischapparates mündet. *B*₁₂ ist ein Dampfrohr zum Reinigen von *B*₁₁, wenn letzteres verstopft sein sollte. *C* ist der Behälter, in welchem das mit Chlor gemischte Erz aufgefangen wird, um von dort weiter durch den Apparat geführt zu werden.

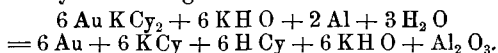
Das pulverisirte Erz wird, nachdem es geröstet worden ist, mit Wasser zu einer mörtelartigen Masse angerührt und dann

durch die Öffnung *B*₉ dem Vermischungsapparat zugeführt. Auch kann man das Wasser dem trocknen Erz erst im Apparat zusetzen und die Mischung durch die Schnecke bewirken lassen. Sobald das Apparat nahezu gefüllt ist, wird *B*₉ geschlossen und Chlor vom Apparat *A* eingeführt, wobei das Ventil *B*₁₀ geöffnet wird. Durch Drehung der Schnecke *B*₂ wird dann das Erz fortwährend gehoben und seitlich in den Ringraum zwischen Cylinder *B*₁ und *B*₃ herabgeworfen, auf welche Weise eine Circulation und innige Mischung des Erzes mit dem Chlor erzielt wird und Gold und Silber in Chloride umgewandelt werden. Die Zeitdauer hängt von der Zusammensetzung der Erze ab. Bei günstiger Vertheilung der Edelmetalle sollen mit dem Apparat 5 t Erze in 2 Stunden verarbeitet werden. Sobald das Erz genügend chlorirt ist, wird es durch *B*₈ in den Sammelraum *C* abgelassen, von wo aus es weiter durch die übrigen Theile des Apparates zur weiteren Verarbeitung geführt wird.

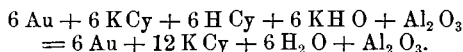
Zum Fälln von Gold aus Cyanidlösungen empfiehlt K. Moldenhauer (D.R.P. No. 74 532) Aluminium. Bei dem Auslaugen des Goldes aus seinen Erzen mit Hülfe von Cyankalium in Gegenwart eines Oxydationsmittels erhält man eine Lösung:



setzt man dieser freies Ätzkali enthaltenden Goldecyanürlösung Aluminium zu:



Die nach dieser Formel gebildete freie Blausäure verbindet sich dann sofort mit dem noch vorhandenen freien Ätzkali zu Cyankalium:



Unorganische Stoffe.

Ätzalkali, Salpetersäure und Eisenoxyd nach G. Lunge und F. M. Lyte (D.R.P. No. 74 487). Das Gemenge von Alkalinitrat und Eisenoxyd soll in porösem Zustande erhalten werden, um es leicht durchdringlich zu machen und so nicht allein von aussen, sondern auch von innen heraus erhitzen zu können, wenn man es der Einwirkung eines Stromgemisches von erhitzter Luft und Dampf aussetzt. Dadurch wird die vollständige Zerlegung bewirkt und die Entwicklung ganz oder wenigstens fast ganz in Salpetersäure umwandelbarer salpetrigsaurer Dämpfe bei einer weit niedrigeren Temperatur möglich gemacht, als jene ist,

welche zum Flüssigmachen der Masse in einem gemischten festen und flüssigen Zustande erforderlich ist.

Bei der Ausführung des Verfahrens wird eine solche Menge von Eisenoxyd mit dem Nitrat innig vermischt, dass die sich ergebende Masse bei der Reactionstemperatur nicht schmilzt, sondern während der ganzen Zersetzungsdauer fest und porös verbleibt. Steht Alkalinitrat als Lösung zur Verfügung, so wird die Mischung desselben mit dem Eisenoxyd während der Verdampfung der Lösung zur Trockne ausgeführt, um eine vollständige, innige Mischung zu erzielen. Die Mischung der beiden Stoffe kann jedoch ebenso gut auch im trockenen Zustande erzielt werden. Die Masse bleibt beim Erhitzen porös und ist leicht durchdringlich für den gemischten Strom von erhitzter Luft und Dampf, welcher in irgend einer Weise durch die Masse hindurchgepresst wird, wobei jedoch gleichzeitig für das Auffangen der salpetrigen Dämpfe und für die Umwandlung derselben in Salpetersäure Vorsorge getroffen ist.

Bei Anwendung von Eisenoxyd in Gestalt von Purple Ore wurde gefunden, dass das vortheilhafteste Verhältniss etwa 2 Th. Purple Ore auf 1 Th. Natronnitrat ist; man kann jedoch, je nach dem Zustand des Eisenoxyds, seinem Zerkleinerungsgrad u. s. w., auch weniger, als durch das angegebene Verhältniss ausgedrückt, anwenden. Die Menge muss jedoch immer genügend sein, um ein Schmelzen der Masse zu verhindern. Indessen ist es nicht genügend, das Flüssigwerden der Masse zu verhindern, sondern es ist auch wesentlich, die Zerlegung bei einer niedrigen Temperatur auszuführen, damit die entwickelten salpetrigsauren Dämpfe vollständig oder wenigstens annähernd vollständig in Salpetersäure zurückzuführen sind. Dies wird dadurch erzielt, dass man die Masse der innigsten Einwirkung eines Stromgemisches von erhitzter Luft und Dampf unterwirft.

Dieses Stromgemisch kann vortheilhaft bis zu derselben Temperatur erhitzt werden, welche die Masse besitzt, d. h. etwa bis zu einem der beginnenden Rothglut entsprechenden Grad, und nachdem der erhitzte Strom durch die durch Mischen von Natronnitrat mit Eisenoxyd erhaltene poröse Masse hindurchgepresst worden ist, entsteht eine schmutzig grüne Masse, welche im Wesentlichen aus Natronferrit besteht, unter Entwicklung nitroser Dämpfe. Die Temperatur, bei welcher die Zerlegung vor sich geht, ist derartig, dass der grösste Theil der angewendeten, dem Natronnitrat entsprechenden

Salpetersäure in gewöhnlicher Weise unter Vermittlung von Luft und Wasser wiedergewonnen wird, dass kein Natronnitrat oder Natronnitrit zurückbleibt und nur ein geringer Theil der Stickstoff-Sauerstoffverbindungen zerstört wird. Dampf allein ist, selbst in überhitztem Zustand, ungeeignet, und obgleich heisse Luft allein besser wirkt als Dampf, so gibt doch eine vorher auf die in den Zersetzungsretorten herrschende Temperatur erhitzte Mischung von Luft und Dampf erfahrungsgemäss die besten Resultate. Die Menge des Dampfes wird derart geregelt, dass die wiedergewonnene Salpetersäure nicht zu schwach ist, und die Luftmenge wird in erforderlichem Überschuss gehalten, damit die niederen Stickstoffoxyde unter Anwendung eines Lunge'schen Thurmes oder einer anderen geeigneten Vorrichtung in Salpetersäure umgewandelt werden können. Das entstehende Ferrit kann durch Erhitzen desselben mit Wasser zerlegt werden, wobei Eisenoxyd ausgefällt wird, während das Alkali in Lösung geht und als Ätzalkali durch Eindampfen in gewöhnlicher Weise wiedergewonnen werden kann.

Das durch die Zerlegung des Alkaliferrits gebildete Eisenoxyd befindet sich im Zustand ausserordentlich feiner Vertheilung; es ist daher möglich, dieses wiedergewonnene Oxyd vom Überschuss an Purple Ore, Hämatit oder anderem gleichzeitig vorhandenen Eisenoxyd durch Schlämmen zu trennen. Auf diese Weise erhält man nebenbei eine zum Gebrauch als Farbe oder für Polirzwecke u. s. w. an Stelle des venetianischen Roths verwendbare Substanz.

Darstellung von Ätzalkalien und basischen Bleisalzen. Dieselben (D.R.P. No. 74 534) empfehlen ein Verfahren zur gemeinschaftlichen Erzeugung basischer Bleisalze aus rohem Werkblei und Gewinnung gewisser Nebenproducte mittels einer ununterbrochenen Reihenfolge von Operationen, bei denen das Blei oxydirt, sowie durch Auflösen des Bleioxydes salpetersaures Blei gebildet wird, das dann durch ein Alkalisalz bei Gegenwart freien Alkalis zwecks Bildung eines basischen Bleisalzes zerlegt wird. Dieses letztere ist in dem durch diese Zerlegung ebenfalls gebildeten Alkalinitrat unlöslich oder doch nur wenig löslich. Das Alkalinitrat wird zur Wiedergewinnung der Salpetersäure wieder zerlegt, welche letztere dann zur weiteren Darstellung von Bleinitrat aus neuen Mengen von Bleioxyd dient, während die Gesamtmenge der Basis des Alkalinitrates als gelöstes kaustisches Alkali gewonnen wird, welches entweder für Ver-

kaufszwecke eingedampft oder zum Theil angesäuert werden kann, zum Zwecke der Weiterbenutzung als Alkalisalz für den Hauptprocess.

Rohes Blockblei wird oxydirt zu Bleiglätte, welche zur Herstellung von Bleinitrat in Salpetersäure gelöst wird. Beimengungen von Silber, Kupfer oder anderen Metallen, welche im rohen Blockblei vorhanden sein könnten, werden nunmehr durch Zusatz von fein vertheiltem Blei aus dem Bleinitrat ausgeschieden; denn Silber, Kupfer u. s. w. fallen mit fein vertheiltem Blei aus, indem sich ein silberreiches Blei als Nebenproduct des Verfahrens bildet. Die Reinigung des Bleinitrates macht sich nur erforderlich, wenn rohes Blockblei zur Bildung des Bleioxydes angewendet wurde. In diesem Falle werden die Kosten für das Raffiniren des Bleies vermieden, während gleichzeitig ein werthvolles Nebenproduct erzielt wird.

Zu der Lösung von reinem Bleinitrat werden in zum Ausfällen des vorhandenen Bleies als basisches Bleicarbonat geeigneten Verhältnissen kaustisches Natron und Natroncarbonat hinzugefügt. Das Bleicarbonat fällt aus und in Lösung verbleibt reines Natriumnitrat. Die Verhältnisse sind unter Zugrundelegung von bestem Handelsalkalicarbonat aus kaustischem Alkali bez. 67 Proc. und 33 Proc.; diese Verhältnisszahlen können aber entsprechend dem Betrage der vorhandenen Basis oder des Hydrates, welche dem Bleicarbonat zugesetzt werden muss, in erforderlichem Grade abgeändert werden.

Die vollständige Ausfällung des Bleinitrates mittels Natroncarbonates und Natrons erfolgt in der Kälte, indessen kann es zuweilen praktischer sein, die Ausfällung durch Anwendung von Wärme zu unterstützen, welche den Niederschlag ausserdem dichter macht. Die Lösung von Natronnitrat wird dann vom Niederschlag durch Decantiren und Filtriren getrennt, und während die Lösung zur Trockne eingedampft wird, versetzt man sie in der in Patent 74 487 beschriebenen Weise unter gutem Umrühren mit einer solchen Menge von Eisenoxyd, dass das Schmelzen des Natronnitrates verhindert, wenn das letztere erhitzt wird, und die Masse während der ganzen nächstfolgenden Operation in porösem Zustande erhalten wird. Die Masse wird nunmehr in einer eisernen oder irdenen Retorte bis zur beginnenden Rothglut erhitzt und gleichzeitig der Einwirkung eines Stromgemisches von erhitzter Luft und Dampf unterworfen, welches vorzugsweise nahe die gleiche Temperatur besitzt, wie die Masse selbst. Der vereinigte Dampf- und Luftstrom wird durch die Masse

hindurchgepresst, deren Porosität ein leichtes Durchdringen zulässt. Durch die innige Berührung des erhitzten Luft- und Dampfgemisches mit der Masse und der dadurch bewirkten inneren Erhitzung der letzteren wird bewirkt, dass die Zersetzungstemperatur herabgedrückt wird, so dass, während die vollständige Zerlegung bewirkt wird, Dämpfe von Salpetrigsäure ausgestossen werden, welche in Salpetersäure umgewandelt werden.

Das Verhältniss des Eisenoxyds würde bei Anwendung von Purple ore sein: 2 Th. oder mehr auf 1 Th. Natronnitrat; es kann jedoch das Verhältniss des Eisenoxydsatzes, je nach der in Anwendung gebrachten Sorte, deren physikalischen Charakter und dem Zertheilungsgrade ein verschiedenes sein. Immer muss dasselbe jedoch genügend sein, um ein Schmelzen der Masse zu verhindern und die letztere für das erhitzte Gemisch von Luft und Dampf leicht durchdringbar zu machen, um eine genügend niedrige Zerlegungstemperatur zu erzeugen und eine für die Wiedergewinnung der Stickstoffoxyde als Salpetersäure zu weit gehende Zersetzung zu vermeiden. Sobald der gemischte Strom von erhitzter Luft und Dampf durch die erhitzte Masse hindurchgedrückt wird, findet eine rein chemische Wirkung statt, durch welche das Natronnitrat, unter Ausstossung von Dämpfen von Salpetrigsäure, in Natronferrit übergeführt wird, und zwar bei einer derartigen Temperatur, dass fast die gesammte, dem Gehalte des Natronnitrates entsprechende Salpetersäuremenge mittels Luft und Wasser in gewöhnlicher Weise in einem Lunge'schen Plattenthurm wiedergewonnen werden kann. Nur ein sehr kleiner Theil der Stickstoffoxyde wird bei diesem Verfahren zerstört. Die Dampfmenge in dem gemischten Strome wird in der Weise geregelt, dass die wiedergewonnene Salpetersäure nicht zu schwach wird, während die Luftmenge im Überschuss vorhanden sein muss, um im Lunge'schen Thurm die niederen Sauerstoffverbindungen des Stickstoffs in Salpetersäure umzuwandeln. Die derart regenerirte Salpetersäure wird zum Auflösen eines frischen Satzes von Bleiglätte verwendet und das Natronferrit durch Erhitzen mit Wasser zu wieder zu benutzendes Eisenoxyd und einer Lösung von Alkali zerlegt. Dieses wird durch Gasiren mit Kohlensäure theilweise in kohlen-saures Alkali umgewandelt, um dann zum Ausfällen von basischem Bleicarbonat aus einem frischen Satze von Bleinitrat verwendet zu werden, oder für denselben Zweck zum Theil mit kohlen-saurem Natron versetzt, während der andere Theil, nachdem derselbe in der gewöhnlichen

Weise zur Trockne eingedampft, als Ätznatron verkauft wird.

Die bei vorliegendem Verfahren sich abspielenden Reactionen können, unter Auslassung der Entsilberung des Bleies, ausgedrückt werden durch die Formeln:

1. $\text{Pb} + \text{O} = \text{PbO}$,
2. $\text{PbO} + 2\text{HNO}_3 = \text{Pb}(\text{NO}_3)_2 + \text{H}_2\text{O}$,
3. $3\text{Pb}(\text{NO}_3)_2 + 2\text{Na}(\text{OH}) + 2\text{Na}_2\text{CO}_3$
 $= 2\text{PbCO}_3 + \text{Pb}(\text{OH})_2 + 6\text{NaNO}_3$,
4. $6\text{NaNO}_3 + 3\text{Fe}_2\text{O}_3 + 3\text{H}_2\text{O} = 3\text{Na}_2\text{O}$,
 $\text{Fe}_2\text{O}_3 + 6\text{HNO}_3$,
5. $3\text{Na}_2\text{O} + \text{Fe}_2\text{O}_3 + 3\text{H}_2\text{O} = 6\text{Na}(\text{OH})$
 $+ 3\text{Fe}_2\text{O}_3$.

Zur Herstellung von Alkalicarbonaten und Chlor wird nach F. M. Lyte (D.R.P. No. 74 538) das Verfahren des Patentes 64 542 dahin abgeändert, dass über ein erhitztes Gemisch von Alkalinitrat und überschüssigem Eisenoxyd ein Gemisch von erhitzter Luft und Dampf nach Maassgabe des Pat. 74 487 geleitet wird.

Zersetzung von Alkalichlorid. Nach M. Benze (D.R.P. 73 935). Der Apparat besteht aus einem Eisenblechmantel *a* (Fig. 92) in Form eines abgestutzten Kegels mit innerer Graphitauskleidung, welcher Mantel

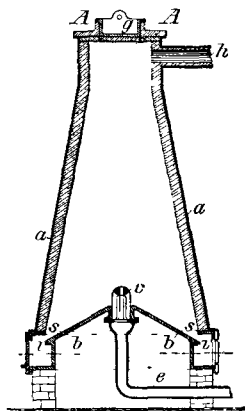


Fig. 92.

auf einem gusseisernen Sockel ruht. Letzterer bildet einerseits den kegelförmigen Boden *b* und andererseits eine Rinne *i*, so dass zwischen dem unteren Rande des Bodens *b* und dem oberen inneren Rande der Rinne *i* ein Schlitz *s* verbleibt. Durch eine Öffnung an der Spitze des Bodens *b* reicht in den Apparat eine mit der Windleitung *e* verbundene Düse *c*. Der Mantel *a* ist oben durch eine Platte *A* abgedeckt, in welcher sich eingeschliffen ein leicht handlicher Verschluss *g* befindet. Das im oberen Theile des Apparates vorgesehene Rohr *h* dient zur Ableitung des frei werdenden Chlors. Dieses Rohr, sowie auch die Deckplatte *A* sind an der Innenseite mit Graphit verkleidet.

Das untere Drittel des Apparates wird mit Holzkohle oder Koks gefüllt und diese angezündet, damit die zum Glühen gebrachte Graphitauskleidung nicht mit dem Sauerstoff der eingeblasenen Luft in Berührung komme. In den oberen Raum des Generators wird nun Holzkohle oder Koks, gemengt mit Alkalichlorid, eingeführt, und durch Zuführung von Luft durch die Drüse *c* die Verbrennung im Apparate unterhalten. Das gebildete Alkalicarbonat sammelt sich in der Rinne *i*, das Chlor entweicht durch Rohr *h*. Die Temperatur des hier entweichenden Gasgemisches soll nicht unter 600° sinken.

Alkalicarbonate erhalten F. v. Hardtmuth und L. Benze (D.R.P. No. 74 937) durch Zersetzung von Halogenalkalien mittels Kohlenoxyds bei Anwesenheit von Kohlensäure, indem mit Holzkohle oder Anthracit gemischtes Halogenalkali in einen mit diesen Brennstoffen beschickten Generator, in welchen zwecks Verbrennung Sauerstoff eingeleitet wird, nachgefüllt wird.

Zur Herstellung von Ätznatrien wollen dieselben (D.R.P. No. 74 976) bei demselben Verfahren Kalk zusetzen, z. B. $2\text{NaCl} + \text{H}_2\text{CaO}_2 + \text{CO} = \text{Na}_2\text{CaO}_2 + \text{COCl}_2 + \text{H}_2$.

Zur Herstellung von Manganatmasse zur Sauerstoffgewinnung rührt F. Fanta (D.R.P. No. 74 087) Natriummanganat mit Wasser zu einem dicken Brei an, nachdem er in diesem Wasser vorher 5 bis 8 Proc. Ätznatron gelöst hat. Dieser Brei wird in eine Retorte gebracht, welche einen Siebboden und unter demselben noch einen weiteren Raum besitzt. Letzterer wird langsam erwärmt, so dass die in dem Brei enthaltene Feuchtigkeit zur Verdampfung gelangt. An die am oberen Ende verschlossene Retorte wird dann eine Pumpe angesetzt, mittels welcher der Dampf vollständig abgesaugt wird, so dass keine Feuchtigkeit in der langsam erwärmten Masse zurückbleibt. Ist die gesammte Feuchtigkeit abgesaugt, so wird der unter dem Siebboden befindliche Raum der Retorte mit der Aussenluft in Verbindung gesetzt und die Erhitzung gesteigert, während gleichzeitig die Pumpe abgestellt und die Retorte an ihrem oberen Ende geschlossen wird. Auf diese Weise dringt die Luft in die Masse ein; diese veranlasst eine feine Porenbildung innerhalb der Masse, welche immer stärker erhitzt wird. Die Retorte wird so lange erhitzt, bis die Wandung Rothglut annimmt, wobei ein Schmelzen nicht zu befürchten ist, da sich in der Masse keine Feuchtigkeit mehr befindet.

Zur Herstellung von Chlor will A. R. Scott (D.R.P. No. 73962) Chlorwasserstoff im Gleichstrom über einen Strom concentrirter Schwefelsäure fortleiten, auf dem eine Schicht Salpetersäure sich befindet, wobei in dem Apparate eine Temperatur von 105 bis 125° aufrecht erhalten wird.

Fig. 93 zeigt den Grundriss der Anlage in Übersichtsdarstellung, Fig. 94 eine Schnittansicht derselben und Fig. 95 einen Schnitt in grösserem Maassstabe längs eines Theiles des Kanals und quer zu den Ansichten nach Fig. 93 und 94.

Die auf der linken Seite der Fig. 94 dargestellte Feuerung 4 dient zum Erhitzen einer Reihe von Kesseln 5, welche zur Concentration der Schwefelsäure benutzt werden, die bei Durchführung des Verfahrens eine Verdünnung erfahren hat. Aus den Kesseln 5 wird die concentrirte Schwefelsäure z. B. mittels eines Hebers *a* in einen Behälter

Die Schwefelsäure wird durch den Apparat in einem Strom treten gelassen, welcher eine geringe Tiefe von beispielsweise 2 bis 4 cm hat. Die Salpetersäure wird aus einem Behälter 15 durch ein Rohr *b* und einen Einlassverschluss *c* zugeleitet, welcher das Entweichen von Gas verhindert, und bei dem Einlasstheil 13 an der Oberfläche der Schwefelsäure eingeführt, so dass sie diese Oberfläche entlang fließen kann, ohne sich mit der Schwefelsäure merklich zu mischen. Die Chlorwasserstoffsäure wird bei dem Einlasstheil 13 durch ein Rohr 16 zugeführt.

Das gasförmige Chlor und die Stickstoffverbindungen, welche bei dem Verfahren durch die Reactionen zwischen den drei Säuren gebildet werden, verlassen den Kanalapparat 8 bei dem Auslasstheil 14 durch ein Rohr 17, das mit dem Boden eines Thurmes 18 in Verbindung steht, in welchem die Gase hochsteigen, während Schwefelsäure nach unten ihren Weg nimmt, um die Stick-

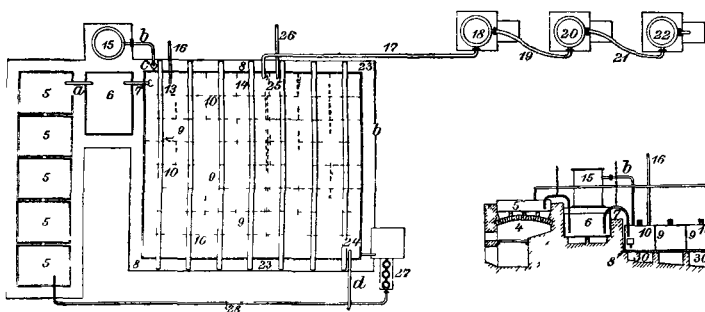


Fig. 93.

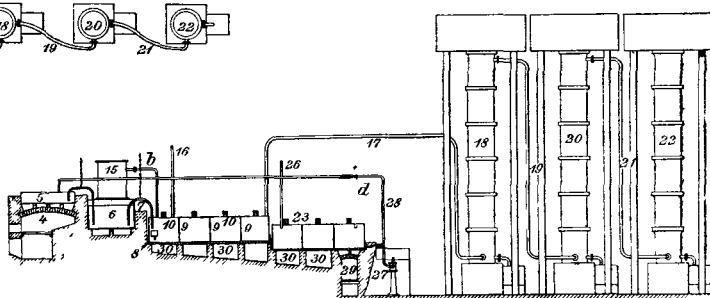


Fig. 94.

6 zugeleitet, aus dem sie durch einen Heber 7 dem Kanalapparat zugeführt wird, in welchem der die Erfindung bildende Process zur Durchführung gelangt. Dieser Kanalapparat besteht aus einem rechteckigen Aufbau aus Blei- oder mit Blei belegten Wänden 8, und wird durch Scheidewände 9 in vier Querkanaile getheilt, von denen einer in Fig. 95 besonders dargestellt ist. Diese Kanäle werden durch Theilwände 10 wiederum getheilt, von denen indessen keine bis zum Boden des Apparates reicht, sondern die so ausgebildet und angeordnet sind, dass die Gase abwechselnd nach einander über bez. unter die Theilwände ihren Weg nehmen. Die Theilwände 9 erhalten je untere und obere Öffnungen 11, 12 an einem Ende, von denen die untere Öffnung für den Durchtritt der Flüssigkeit bestimmt ist, während die obere die Gase hindurchtreten lässt. Diese Öffnungen 11, 12 sind immer an entgegengesetzten Enden der Scheidewände 9 vorgesehen; die punktirten Linien in Fig. 95 veranschaulichen die Lagen der Öffnungen in der nächsten Scheidewand.

Bei diesen Einrichtungen strömen die Flüssigkeiten und Gase aus dem Einlasstheil 13 die durch die Scheidewände 9 gebildeten Räume entlang, und zwar abwechselnd in entgegengesetzten Richtungen nach dem Auslasstheil 14 hin; die Scheidewände 10, welche rechtwinklig gegen die Wände 9 angeordnet sind, haben dabei den Zweck, die Gase gut gemischt zu halten und zu verhindern, dass dieselben oben langs der Räume entlang streichen, ohne die Flüssigkeit zu berühren.

stoffverbindungen zu absorbiren. Aus dem oberen Theil des Thurmes 18 gelangt das Chlor, welches noch mit etwas Chlorwasserstoffsäure gemischt ist, durch ein Rohr 19 in den unteren Theil eines zweiten Thurmes 20, in welchem Wasser von oben nach unten fließt, um die Chlorwasserstoffsäure zu absorbiren. Schliesslich wird das Chlor durch ein Rohr 21 nach dem Boden eines dritten Thurmes 22 geleitet, in welchem es der Einwirkung von Schwefelsäure ausgesetzt ist, welche Feuchtigkeit aufnehmen soll. Darauf kann das Chlor Kalkkammern zugeleitet oder in irgend einer anderen Weise weiter verwendet werden.

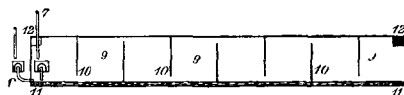


Fig. 95.

Wenn die Schwefelsäure den Kanalapparat 8 bei dem Auslasstheil 14 verlässt, so ist sie noch stark genug, um Chlorwasserstoffsäure zu dehydriren, da diese Säure aus dem gewöhnlichen Zersetzungs-Ofen für Chlornatrium kommt. Für diesen Zweck der Entwässerung der Chlorwasserstoffsäure wird die Schwefelsäure in einem weiteren Kanalapparat 23 angewendet, der in ähnlicher Weise wie der Hauptkanalapparat 8 innen getheilt ist. Das frische Chlorwasserstoffgas tritt durch ein Rohr *d* bei dem Theil 24 ein, bei welchem die Schwefelsäure den Apparat schliesslich verlässt, und tritt aus dem Apparat bei 25 aus, wo die Schwefelsäure aus dem

anderen Apparat 8 eintritt. Die getrocknete Chlorwasserstoffsäure verlässt den Kanalapparat 23 durch ein Rohr 26 und wird zweckmässig durch eine geeignete Messvorrichtung treten gelassen, ehe die Einleitung durch das Rohr 16 nach dem Hauptkanalapparat 8 erfolgt, damit auf diese Weise die eingeführten Mengen Salpeter- und Schwefelsäure zu der Chlorwasserstoffsäure in das geeignete Verhältniss gesetzt werden können. Die verdünnte Schwefelsäure wird mittels einer Pumpe 27 und Rohre 28 den Concentrationspfannen 5 zugeleitet. Die Erhitzung der Kanalapparate 8 und 23 erfolgt durch eine Feuerung 29, deren Feuerzüge 30 unter den Apparat führen.

Zur Herstellung von Bleiweiss aus bleicarbonathaltigen Erzen soll nach E. Waller (D.R.P. No. 74 132) die durch Erhitzen mit Ammonacetat erhaltene Bleiacetatlösung mit dem erhaltenen Dampfe von Ammoncarbonat gefällt werden.

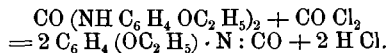
Zur Herstellung von Sulfopone fällt Steinau (D.R.P. No. 74 591) Zinksulfat mit Schwefelcalcium:



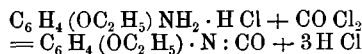
Das Schwefelcalcium wird in löslicher Form dadurch erhalten, dass 50 Th. Schwefelblüthe mit 50 Th. Ätzkalk in 1000 Th. Wasser gekocht werden. Es entstehen neben einfachem Calciumsulfid auch Polysulfide des Calciums (Ca S_3 , Ca S_5), welche wesentlich zur Erzielung eines weichen und geschmeidigeren Productes beitragen, als es die gewöhnliche Lithopone ist. Es wird nämlich beim Ausfällen des Schwefelzinks, bei einer Temperatur von 44° , etwas freier Schwefel mit niedergerissen; derselbe wird beim nachfolgenden Ausglühen des Niederschlages bei einer Temperatur von 250 bis 300° wieder frei und erzeugt bei seinem Entweichen eine Auflockerung der ganzen Masse. Während das Lithopone-Glühproduct noch heiss in Wasser abgeschreckt werden musste, ist dies bei dem beschriebenen Sulfopone-Product nicht nöthig.

Organische Verbindungen.

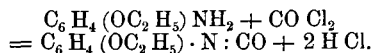
Darstellung von p-Phenetolcarbamid. Nach J. D. Riedel (D.R.P. No. 73 698) lässt sich durch Einwirkung von Kohlenoxychlorid auf p-Phenetidin unter gewissen Bedingungen Di-p-Phenethylharnstoff in quantitativer Ausbeute erhalten. Es wurde ferner gefunden, dass, wenn eine weitere Menge Kohlenoxychlorid auf geschmolzenen Di-p-Phenethylharnstoff (gegen 230°) einwirkt, sich glatt p-Äthoxyphenylisocyanat im Sinne folgender Gleichung bildet:



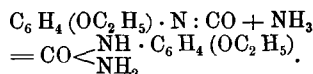
Wie weitere Versuche ergeben haben, entsteht das p-Äthoxyphenylisocyanat auch quantitativ beim Überleiten von Kohlenoxychlorid über geschmolzenes salzsaures p-Phenetidin (gegen 280°):



oder beim Überleiten von Kohlenoxychlorid über auf 230° erhitztes freies p-Phenetidin:



Wird das p-Äthoxyphenylisocyanat, welches eine zwischen 230 und 235° siedende Flüssigkeit darstellt, in überschüssiges starkes Ammoniak eingetragen, so scheidet sich quantitativ p-Phenetolcarbamid aus:



Das p-Phenetolcarbamid schmilzt bei 160° und findet seiner grossen Süssigkeit wegen als Süssstoff technische Verwendung. Die physiologische Untersuchung hat die völlige Unschädlichkeit des p-Phenetolcarbamids ergeben.

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von p-Phenetolcarbamid nach dem durch Patent No. 63 485 geschützten Verfahren, darin bestehend, dass man Kohlenoxychlorid auf p-Phenetidin bei etwa 230° oder auf salzsaures p-Phenetidin bei etwa 280° oder auf geschmolzenen Di-p-Phenetolharnstoff einwirken lässt und das hierbei sich bildende Äthoxyphenylisocyanat in überschüssiges starkes Ammoniak einträgt.

Diese Verbindung kommt unter dem Namen Dulcin in den Handel, während F. v. Heyden's Nachf. dieselbe Verbindung, nach dem Verfahren von Berlinerblau (Z. 1892, 436) hergestellt, als Sucrol liefern (vgl. Fischer's J. 1893, 868).

Dulcintabletten von J. D. Riedel wiegen 0,25 g, enthalten $\frac{1}{10}$ Dulcin, entsprechen also bei einer Süßkraft des Dulcins von 1:200 einem Stück Rohrzucker von 5 g.

Zur Untersuchung von Saccharin¹⁾ empfiehlt R. Hefelmann (Pharm. Centralh. 1894 S. 105) folgendes Verfahren.

¹⁾ Saccharin wird bekanntlich zur Zeit von: Fahlberg, List & Co. in Salbke a. E. und F. von Heyden Nachf. in Radebeul in den Handel gebracht. Beide Firmen führen folgende Handelsmarken:

1. Saccharin 500 mal süßend;
2. Saccharin 300 mal süßend und
3. leicht lösliche Saccharine (Saccharinnatronsalze) von 450 und 270 facher Süßkraft.

1. Parasäurebestimmung. 10 g Saccharin erhitzt man mit 100 cc Schwefelsäure von 57° B. 3 Stunden lang im lebhaft kochenden Wasserbade unter öfterem Umschwenken. Der mit Saccharin beschickte Kolben wird in das Wasserbad eingehängt. Die Aufspaltung des Benzoësäuresulfonids ist beendet, wenn eine stark mit Wasser verdünnte Tropfenprobe nicht mehr süß schmeckt. Nach vollständiger Zersetzung des Saccharins verdünnt man die saure Lösung mit dem gleichen Volum Wasser, lässt erkalten und über Nacht stehen. Reines Saccharin scheidet dann selbst nach wochenlangem Stehen keinen Niederschlag ab. Parasäurehaltiges dagegen scheidet schon nach 12 stündigem Stehen, bez. nach Hinzufügen eines kleinen Kryställchens reiner Parasäure alle Parasäure aus. Bei sehr geringem Gehalte an Parasäure lässt man besser 2 bis 3 Tage lang stehen. Man saugt letztere ab und wäscht einmal mit wenig Wasser nach. Da das Filter durch die starke Schwefelsäure pergamentirt wird und schwer zu entsäuern ist, so spült man den Niederschlag vom Filter in ein Becherglas, sammelt ihn auf einem neuen Filter und wäscht ihn dort mit kleinen Mengen Wasser so lange aus, bis das Waschwasser frei von Schwefelsäure ist. Filter sammt Parasäure werden bei 100° getrocknet. Nach dem Trocknen lässt sich die Parasäure leicht quantitativ vom Filter lösen und wägen. Die Parasäure schmecke nicht süß, sondern sauer und gebe keine Schwefelsäurereaction. Der Schmelzpunkt liege zwischen 270 bis 280°. Hat man Gooch'sche Tiegel mit doppeltem Siebboden und Asbestpolster zur Verfügung, so kann die Parasäure hintereinander ausgewaschen werden und wird dann nach dem Trocknen in dem tarirten Gooch'schen Tiegel gewogen.

2. Saccharin - Stickstoffbestimmung. Man bringt das Filtrat von der Parasäure auf genau 500 cc, nimmt davon 50 cc, entsprechend 1 g Saccharinpräparat, übersättigt mit gebrannter Magnesia und destillirt das Ammoniak, ohne zu kühlen, in 20 cc $\frac{1}{2}$ -Normal-Schwefelsäure über. Durch Zurücktitriren mit $\frac{1}{4}$ -Normal-Kalilauge und Methylorange oder Rosolsäure als Indicator erfährt man den Ammoniakgehalt und berechnet daraus den Saccharin-Stickstoff. 100 proc. Saccharin verlangt 7,67 Proc. N; 1 Proc. N entspricht daher 13,04 Proc. Saccharin.

3. Gesamtstickstoffbestimmung nach Kjeldahl. Mittels eines dünnwandigen Gläschens wägt man 1 g Saccharin in den Kjeldahl-Zersetzungs-Kolben ein und erhitzt darin mit 25 cc concentrirter Schwefelsäure und 0,5 g Quecksilber 2 Stunden lang zum Sieden. Nach dem Erkalten spült man die mit Wasser verdünnte Lösung in einen Literkolben, verdünnt auf 250 cc, setzt überschüssige Natron- oder Kalilauge hinzu und etwa 3 g N-freien, ausgewaschenen Zinkstaub (oder überschüssige Kaliumsulfidlösung) und destillirt das Ammoniak durch einständiges Kochen wie unter 2 in 20 cc $\frac{1}{2}$ -Normal-Schwefelsäure über.

Die unter 2 und 3 beschriebenen Verfahren genügen zur Charakterisirung eines Handelsaccharins, so dass man für praktische Zwecke eine gewichtsanalytische Parasäurebestimmung umgehen kann.

Es ergaben z. B.

	Saccharine, 300 mal süß.	
	Heyden	Fahlberg
Feuchtigkeit	0,28	0,23
Asche ohne H_2SO_4 -Zusatz	0,82	0,30
Aschefreie Trockensubstanz	98,90	99,47
Parasulfaminbenzoësäure	32,47	36,37
Stickstoff des Filtrats von der p-Säure . .	5,19	4,66
Gesamtstickstoff . .	7,37	7,15
Saccharin, berechnet aus N des Filtrats von der p-Säure . .	67,66	60,75

Zur Herstellung von Piperazin behandeln die Farbenfabriken vorm. Fr. Bayer & Co. (D.R.P. No. 74 628) die von Morley (Ber. 12, 1795) beschriebene Dinitrosoverbindung des Diphenylpiperazins, sowie diejenige des Ditolylpiperazins mit Schwefligsäure oder Alkalibisulfidtlösung.

In ein Gemisch von 10 k Dinitrosodiphenylpiperazin und 300 l Wasser wird ein lebhafter Strom von Schwefligsäure bis zur Lösung eingeleitet und die Flüssigkeit alsdann mit 22,6 k Salzsäure von 23° B. auf die Hälfte ihres Volumens eingekocht. In der Lösung befinden sich salzsaures Piperazin und Amidophenoldisulfosäure; die letztere scheidet sich beim Erkalten zum Theil aus. Um das Piperazin aus der Lösung zu gewinnen, macht man dieselbe mit 70 k Natronlauge von 32 Proc. alkalisch und destillirt im überhitzten Dampfstrom, bis das Destillat mit Pikrinsäurelösung keine Fällung mehr gibt. Das Destillat wird mit Salzsäure eingedampft. Das hierbei gewonnene salzsaure Piperazin kann durch Destillation mit Natron in freies Piperazin übergeführt werden.

Oder 10 k (1 Mol.) Dinitrosodiphenylpiperazin werden in 43 k (4 Mol.) Natriumbisulfidtlösung von 40 Proc. eingetragen und das Gemisch bis auf 60° erwärmt. Es tritt lebhaft Reaction ein, welche eine weitere Wärmezufuhr von aussen unnöthig macht, und nach einiger Zeit ist die Dinitrosoverbindung vollständig mit gelber Farbe in Lösung gegangen. Man versetzt diese Lösung mit 70 k concentrirter Salzsäure, kocht auf und lässt erkalten. Neben Kochsalz scheidet sich eine Amidophenoldisulfosäure in Nadeln aus, während ein anderer Theil Amidophenoldisulfosäure mit salzsaurem Piperazin in Lösung bleibt. Man trennt die Lösung von der Ausscheidung, macht sie mit Natronlauge alkalisch und destillirt das Piperazin mit Wasserdampf über. Das Destillat wird mit Salzsäure ein-

gedampft. Man erhält so das salzsaure Piperazin, welches bei der Destillation mit Alkalien die freie Base liefert. — In analoger Weise erhält man aus Dinitrosoditolylpiperazin das Piperazin bez. dessen Salze.

Pyrazin. Dieselben Farbenfabriken (D.R.P. No. 73 704) haben gefunden, dass Pyrazinbasen entstehen, wenn Glycerin mit Chlor- oder Bromammonium unter Zusatz von Ammoniak leicht abgebenden Stoffen, wie z. B. von kohlsaurem Ammonium, carbaminsaurem Ammonium oder anderen organischen Ammoniumsalzen u. dgl. erhitzt wird. In dem Destillate befinden sich ausser Wasser, Ammoniak und aldehydähnlich riechenden Substanzen keine Pyridinabkömmlinge, sondern nur die Homologen des Pyrazins, und zwar in vorwiegender Menge das 2:5 Dimethylpyrazin, in geringer Menge ein Dimethyläthylpyrazin.

Man destillirt 300 Th. Glycerin mit 100 bis 120 Th. Chlorammonium und 30 bis 50 Th. Ammoniumcarbonat. Aus dem Destillat werden zunächst durch Ansäuern und Destilliren mit Wasserdampf etwa vorhandene nichtbasische Stoffe entfernt und aus der Lösung die Pyrazinbasen mittels Alkali abgeschieden und von der wässerigen Lösung getrennt. Das erhaltene Basengemisch kann durch fractionirte Destillation in die homologen Pyrazine, das Dimethylpyrazin und das Dimethyläthylpyrazin, getrennt werden. Das erstere, welches bei 155° (corr.) siedet, ist identisch mit dem Stöhr'schen Dimethyldiazin.

Fettindustrie, Leder u. dgl.

Kautschukersatz. Das Verfahren von R. Henriques (D.R.P. No. 73 045) unterscheidet sich von der bekannten Behandlung von trocknenden Ölen, wie Lein-, Rüb-, Mohn-, Hanf- und Cottonöl, mit Chlorschwefel dadurch, dass man die Öle vor dieser Behandlung oxydirt, um schwefel- und chlorarme, nicht klebrige Kautschuksurrogate zu erzielen, welche unter der Bezeichnung „Factis“ in den Handel gelangen. Es hat sich nämlich gezeigt, dass genannte Öle, wenn man sie vorher bei höherer Temperatur der Luft aussetzt, wobei sie Sauerstoff absorbiren und die in ihnen enthaltenen Glyceride der Leinölsäure-Reihe in Glyceride von Oxyfettsäuren übergehen, sämmtlich bereits mit 18 Proc. Chlorschwefel und weniger, je nach der Menge des aufgenommenen Sauerstoffs, in sog. Factis umgewandelt werden, ja beim Leinöl kann man mit 10 Proc. Chlorschwefel auskommen. Man erhält so Pro-

ducte, welche nur 4,5 bis 6,5 Proc. Schwefel und etwa gleich viel Chlor enthalten und wie die sog. Factis des Handels krümelige elastische Massen bilden, welche in allen Lösungsmitteln fast unlöslich sind, von alkoholischen Alkalilaugen aber unter Abgabe des Chlors zu schwefelhaltigen Fettsäuren von gleichem Schwefelgehalt verseift werden. Die gewonnenen schwefel- und chlorarmen Factis-Sorten liefern bei Zumischung zu Kautschuk Waaren, welche stets weich und geschmeidig bleiben, während Kautschukwaaren, denen gewöhnliche Factis-Sorten von höherem Schwefel- und Chlorgehalt zugesetzt sind, im Laufe der Zeit brüchig und schlecht werden.

Elektrisches Gerbverfahren. Nach E. J. Finot (D.R.P. No. 72 053) soll bei der Anwendung eines elektrischen Stromes auf die im Bade hängenden Häute, angeblich zum schnellen Schwellen der Häute, gleichzeitig ein Kohlensäurestrom durch das 25 bis 30° warme und lebhaft bewegte Gerbebad geleitet werden, um die Poren in den Häuten offen zu halten.

Die Herstellung von halb- und ganz-consistenten Ölen und Fetten auf kaltem Wege geschieht nach J. Meyer (D.R.P. No. 73 283) durch Mischung von Mineralölen mit Wollfett, unter Zufügung von Salzlösung, unter Zusatz von Lauge.

Zu 70 k Mineralöl setzt man 20 k geschmolzenes Wollfett. Der erhaltenen Masse mischt man 3 k 39grädige Natronlauge und 6 k Kochsalz bei, welche in der eben nöthigen Menge Wasser gelöst sind. Das Ganze erstarrt sofort zu einer hellgelben Masse. Die gewonnenen Massen sollen zum Schmieren von Maschinen und zum Geschmeidigmachen von Garn und Leder dienen.

Zur Verarbeitung von Wollfett empfehlen L. Krause und J. Mayer (D.R.P. No. 73 379) die fractionirte Destillation. Die trockene Destillation wird so geleitet, dass das rohe Wollfett in einer geräumigen Destillationsblase zuerst bei offenem Deckel entwässert, dann destillirt wird. Die Destillationsproducte durchziehen zuerst ein weites Metallrohr und verflüssigen sich hier zum grössten Theil; dieses Rohr mündet in ein anderes, lothrecht und nach oben durch das Dach in's Freie führendes, weiteres Rohr, durch das die Gase der theilweisen Zersetzung entweichen, während die gebildete Flüssigkeit unten abläuft. Es destillirt zuerst ein hellgelbes Öl, das zum grössten Theil aus freien Fettsäuren besteht und in der Kälte körnig erstarrt. Fängt das Destillat

an, dunkelbraun überzugehen, so wechselt man die Vorlage und fängt das nun übergehende, grösstentheils aus den Cholesterinen bestehende Destillat für sich auf.

Die erste Hälfte des Destillats, welche hellgelbe Farbe und niedrigen Schmelzpunkt besitzt und grösstentheils aus leicht schon in der Kälte verseifbaren, freien Fettsäuren besteht, kann zur Seifenherstellung benutzt werden, nachdem es durch Umschmelzen von dem ihm anhaftenden brenzlichen Geruch befreit ist. Das auf obige Weise gewonnene Fettsäureproduct wird als „Lanolein“ bezeichnet. Die zweite Hälfte des Destillats, welche schwarzbraune Farbe und hohen Schmelzpunkt besitzt und grösstentheils aus den Cholesterinen besteht, kann zu den verschiedensten Zwecken in der Fettindustrie benutzt werden, so z. B. als Ersatz für Ceresin in der Vaselinelederfettbereitung. Es wird als „Rohcholesterin“ bezeichnet.

Zur Herstellung von festen Kali- und Kali-Natron-Seifen soll man nach G. Schicht (D.R.P. No. 73 602) in hoherhitze concentrirte Kali- oder Kalinatronlauge Fett von niedriger Temperatur einfließen lassen, um so ein Anbrennen beim Eindampfen und eine Bräunung des Fettes, sowie eine Verunreinigung durch Aufnahme von Metallverbindungen zu verhindern.

Zunächst wird eine concentrirte Kalilauge von beispielsweise 50° B. in einem Kessel bis auf etwa 135° erhitzt. In diese hoherhitze Kalilauge lässt man das Fett in geschmolzenem Zustande und in dünnem Strahl unter beständigem Umrühren einfließen. Während der ersten Periode der Verseifung, so lange die Masse noch stark wasserhaltig ist, ist es zweckmässig, von aussen Wärme zuzuführen, um eine nachtheilige Abkühlung zu vermeiden. Ist etwa $\frac{1}{2}$ oder $\frac{2}{3}$ des Fettes in den Kessel eingetragen und verseift, so ist die Masse so dickflüssig geworden, dass bei weiterer starker Wärmezufuhr von aussen Anbrennen stattfinden würde. Es wird nun infolge der durch die Verseifung frei werdenden Wärme die schon stark erhitzte Masse noch weiter erhitzt und ein weiteres Austreiben von Wasser herbeigeführt, ohne dass der Kessel noch von aussen geheizt zu werden braucht.

Eine zu Anstrichs-, Überzugs-, Farb- oder ähnlichen Zwecken geeignete Masse von Ch. Blancan (D.R.P. No. 73 266) besteht aus einem mit Anilinfarben gefärbten, in Wasser mit Hülfe von Borax, Alkali oder Alkalicarbonat gelösten Gummilack und Aluminiummetallpulver.

Neue Bücher.

Arbeiten aus dem Kaiserlichen Gesundheitsamte. 9. Bd., 1. u. 2. Heft. (Berlin, Julius Springer.)

Die vorliegenden Hefte enthalten wieder eine Anzahl auch für Chemiker wichtiger Abhandlungen. K. Windisch berichtet über die Untersuchungen von Tralles über die spec. Gewichte der Alkohol-Wassermischungen, nach dem noch nicht veröffentlichten Handschriften-Nachlasse; E. Polenske über Fleischpöckeln, Cognacextract, Butterfarben; P. L. Friedrich sehr ausführlich über Influenza; Dunbar über Nachweis von Choleravibrien im Flusswasser, u. s. w. (vgl. S. 63 d. Z.).

L. Beck: Die Geschichte des Eisens in technischer und kulturgeschichtlicher Beziehung. (Braunschweig, Fr. Vieweg und Sohn.)

Die vorliegende 3. u. 4. Lieferung dieses sehr empfehlenswerthen Werkes behandeln besonders die Kunstschmiederei im 16. Jahrhundert, die Wasserhämmer, die Nagelschmiede, das Maschinenwesen im 16. Jahrh., Bergbau, Waldwirthschaft und Eisenhandel. (Vgl. Z. 1893, 721.)

N. Caro: Darstellung von Chlor und Salzsäure unabhängig von der Leblanc-Soda-Industrie. (Berlin, R. Oppenheim.) Pr. 3 M.

Verf. stellt die verschiedenen Vorschläge zur Herstellung von Chlor aus den Abläufen der Ammoniaksodaindustrie, der Leblanc-Weldon-Industrie, aus dem Chlormagnesium, aus Kochsalz und die Vorschläge zur elektrolytischen Herstellung von Chlor zusammen. Wenn auch eine kritische Würdigung der Vorschläge fehlt und die engl. Patente nicht vollständig sind, so ist doch die Zusammenstellung denen zu empfehlen, welche rasch einen Überblick über die bez. Literatur und Patente haben wollen.

Ebeling: Tabelle der chemischen Elemente. (Essen, G. D. Bädcker.)

Diese empfehlenswerthe, 1,93 m hohe und 2,34 m breite Wandtafel, auf Leinwand aufgezogen, kostet 24 M.

K. Faulmann: Im Reiche des Geistes. Illustrierte Geschichte der Wissenschaften. (Wien, A. Hartleben.)

Auf dieses, in 30 Lieferungen erscheinende beachtenswerthe Werk soll zurückgekommen werden, sobald ein grösserer Theil desselben vorliegt.

A. Funaro: J. Concimi (Milano, U. Hoepli).

Das vorliegende Heft des „Manuali Hoepli“ behandelt die Landwirthschaft, Düngemittel u. dgl.

J. Grossmann: Die Schmiermittel. Methoden zu ihrer Untersuchung und Werthbestimmung. (Wiesbaden, C. W. Kreidel.) Pr. 4,80 M.