

## Die Wiedergewinnung von Laboratoriumsreagenzien.

Bericht Nr. 42. Von Dr. phil. F. PIEKENBROCK.

Für laufende Untersuchungen, wie sie im Eisenhüttenlaboratorium vorkommen, ist der Reagenzienverbrauch beträchtlich. Es ist daher ein großer Vorteil, wenn die wertvollen Stoffe aus den Laboratoriumsabwässern zurückgewonnen werden. Für die Wiedergewinnung kommen Quecksilber, Jod, Molybdän, Cadmium, Kalilauge, Kupferchlorür und organische Lösungsmittel wie Alkohol, Äther, Benzin und Benzol in Frage.

**Quecksilber.** Die große Verdünnung, in der Quecksilber gebraucht wird (0,1–0,2 %), erschwert natürlich die Wiedergewinnung. Die Fällung des Quecksilbers als Sulfid ist unangenehm. Vorteilhaft wird es durch Eisen oder Kupferspäne als Metall abgeschieden. Die Trennung durch Destillation und die weitere Reinigung erfolgt in gewohnter Weise.

**Jod.** Eine fast vollständige Abscheidung erreicht man durch Fällung des Jods als Kupferjodür durch Reduktion mit Natriumsulfid. Das Verfahren von J. Arndt<sup>1)</sup>, Oxydation des Jodsatzes zu Jod durch Sauerstoff bei Gegenwart von Stickoxyden als Katalysator, arbeitet mit einem Verlust von durchschnittlich 1 g Jod je Liter Abwasser. Das gleiche gilt von den andern Oxydationsmethoden. Auf die Möglichkeit der Jodanreicherung durch Elektrolyse wird verwiesen.

**Molybdänsäure.** Über die Rückgewinnung der Molybdänsäure sind schon zahlreiche Arbeiten erschienen. Die Ausbeute, die nach diesen Verfahren erhalten wird, ist erfahrungsgemäß sehr niedrig (50–60 %). Piekenbrock fand, daß sich bei Ausscheidung der Molybdänsäure durch Eindampfen aus stark saurer oder neutraler Lösung bei Bewegung eine Ausbeute von 80–90 % erreichen läßt. Soll die Molybdänsäure mit Phosphorsäure gefällt werden, so ist es vorteilhaft, das Abwasser zu neutralisieren und dann mit Salpetersäure (10 ccm je Liter Abwasser) anzusäuern. Fällungsversuche, die mit Phosphorsäure und Natriumphosphatlösung durchgeführt

<sup>1)</sup> B. 52, I, 1131–34 [1919].

wurden, zeigen, daß ein Überschuß von Phosphorsäure schädlich wirkt, dagegen vermindert selbst ein großer Überschuß von Natriumphosphat die Ausbeute nicht.

**Silber.** Die Fällung des Silbers erfolgt mit Salzsäure. Das Silberchlorid kann durch Schmelzen mit Cyankalium, Soda und Kohle oder durch Erhitzen mit Kohle im elektrischen Ofen reduziert werden. Auch Lösen in Ammoniak und elektrolitische Abscheidung des Silbers oder Zersetzung des Chlor-silbers bei Gegenwart von Säure mit Zink ist möglich. Das erhaltene Metall wird in Salpetersäure gelöst, das Nitrat durch Kristallisation abgeschieden und gereinigt.

**Cadmium.** Die Ausfällung des Cadmiums, das zur Schwefelbestimmung verwandt wird, mit Schwefelwasserstoff kann vermieden werden, wenn die Umwandlung des Cadmiumsulfids mit Kupfersulfat nach der Filtration erfolgt. Es genügt dann, die Filtrate zu sammeln und auf die gewünschte Konzentration zu bringen.

**Kalilauge.** Die hochprozentigen Lösungen, wie sie zur Gasanalyse gebraucht werden, lassen sich nicht annähernd quantitativ durch Kalk regenerieren. Es ist zu erwägen, ob die Lösungen nicht am besten an chemische Fabriken abgegeben werden.

**Kupferchlorür.** Aufbereitungsversuche wurden vom Verfasser nicht durchgeführt. Die Wiedergewinnung kann in folgender Weise geschehen. Die saure Kupferchlorürlösung wird mit metallischem Kupfer versetzt und mehrere Tage stehengelassen, die klare Lösung abgehoben und mit Wasser versetzt, bis kein Kupferchlorür mehr ausfällt. Der Niederschlag wird filtriert mit Schwefelsäure (1:6) und etwas Alkohol gewaschen und getrocknet. Der Rest Kupfer aus der Lösung kann mit Eisenspänen gefällt werden.

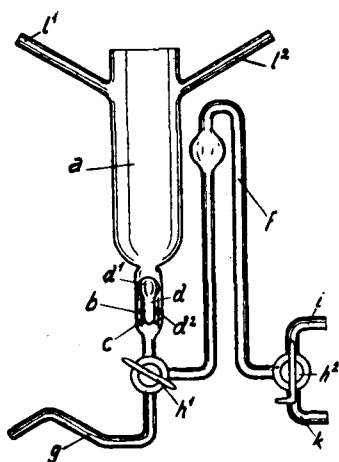
**Alkohol, Äther, Benzol.** Die Rückgewinnung erfolgt durch Destillation. Das Destillat wird mit Chlorcalcium oder Natrium getrocknet. Die Trennung von Alkohol und Benzol kann durch Auswässern des Benzols erfolgen.

G. Thanheiser.

## Patentberichte über chemisch-technische Apparate.

### 2. Analytische Prüf- und Meß-Apparate.

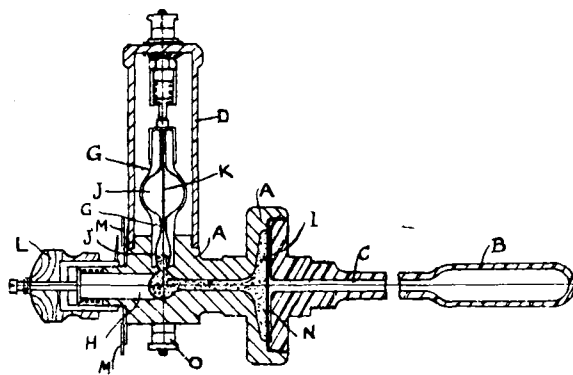
Dipl.-Ing. Carl Holthaus, Dortmund. **Absorptions- und Mischgefäß**, gek. durch einen mit feinen Durchtrittskanälen



(D. R. P. 404 766, Kl. 12 e, vom 27. 2. 1923, ausg. 25. 10. 1924, vgl. Chem. Zentr. 1925 I 144.)

Robert Maclaren, Blaircastle, Culross, Fife (Schottl.). **Kontaktthermometer**, bei welchem ein durch die Wärmequelle beeinflusstes Gas- oder Luftvolumen den Stand einer die Kontaktbildung bewirkenden, einstellbaren Quecksilbersäule bestimmt, dad. gek., daß die in bekannter Weise durch einen Kolben (H) einstellbare Quecksilbersäule (I) durch eine Membran (N) gegen die Gas- oder Luftfüllung abgeschlossen ist. — Da das durch die Wärmequelle beeinflusste Luftvolumen gegen die Außenluft

abgeschlossen ist, wird es durch Luftdruck- und Feuchtigkeitsschwankungen nicht beeinflusst, so daß die Einstellung sehr



genau wird. (D. R. P. 408 453, Kl. 42 i, vom 1. 2. 1924, ausg. 26. 1. 1925.)

Chemische Fabriken vorm. Weiler-ter Meer, Uerdingen (Niederrh.), Erfinder Dr. Bernhard Wurzschnitt, Uerdingen. **Zuflußregler für Flüssigkeiten**.

dad. gek., daß die Flüssigkeit durch einen Hahn (a), der gleichzeitig als Achse eines Wagebalkens (b-c) dient, durch den hohlen Arm (c) in ein mit einem Auslaufhahn versehenes Gefäß (d) strömt, mit der Maßgabe, daß beim Sinken des Wagearms (c) der Hahn (a) sich schließt. — Die Vorrichtung gestattet in einfacher und sicherer Weise, den Zufluß von Flüssigkeiten für beliebige Ver-

