

Fortschritte der anorganisch-chemischen Großindustrie

Von Dr.-Ing. BRUNO WAESER, Strausberg bei Berlin.

2. Wasserstoff*)

A. Allgemeine Arbeiten und Übersichten

rühren von *Jacqué*¹⁾, *Brownlie*²⁾ und *Muhler*³⁾ her, während *Schiller*⁴⁾ in Sonderheit die Kohlenwasserstoffverarbeitung auf Wasserstoff berücksichtigt hat.

B. Das Eisen-Wasserdampf-Verfahren

bildet den Gegenstand einer Veröffentlichung von *Hurst*⁵⁾. *Kirillow*⁶⁾ führt aus, daß Schwammisenstücke von 1—2,5 mm Dmr. im Eisen-Wasserdampf-Verfahren zwar zunächst sehr aktiv seien, daß diese Aktivität jedoch bald unter jene von *Siderit* absinke. Die *Bamag-Meguain A.-G.*⁷⁾ arbeitet in der Weise, daß das Eisengut mit Reduktionsgas, das von unten nach oben strömt, bzw. mit Wasserdampf im umgekehrten Sinne behandelt wird; dabei wird ersteres von der Mitte aus so zugeführt, daß es in den folgenden Schichten zur Vorreduktion dient oder verbrannt wird, indem dann die Abgase davon nach oben abziehen *Messerschmidt*⁸⁾ benutzt zwei hintereinander geschaltete Eisenkontaktschichten mit dazwischen liegendem Gitterwerk-Überhitzer. Das während der Reduktionsphase aus dem ersten Kontaktschicht anfangs entweichende Armgas wird mit Luft verbrannt; erst das später entbundene reichere Gas dient im zweiten Kontaktschicht zur Reduktion. Die *Kellog Co. (Marshall)*⁹⁾ bringt auf Eisen oder Eisen-Kupfer-Legierungen zwischen 230° und 370° flüssiges Wasser unter Druck zur Einwirkung (28 kg/cm²), wobei die Reaktionszone relativ ausgedehnt ist und die Abführung der gebildeten Oxyde und des Wasserstoffs kontinuierlich erfolgt. Die *Amer. Oxythermic Corp. (Fränkl)*¹⁰⁾ verwendet zweistufige Eisenkontakte und Wasserdampf; das Abgas des ersten enthält neben Wasserstoff noch überschüssigen Dampf, der erst über dem zweiten Kontakt beseitigt wird, indem dieser gleichzeitig Wärme speichert und das entweichende Wasserstoffgas gekühlt wird.

C. Die Elektrolyse des Wassers

wird in den allgemeinen Fortschrittsberichten von *Hellm. Fischer*¹¹⁾ und *Steinbrecher*¹²⁾ näher behandelt. Zahlreiche Patente der *Siemens & Halske A.-G.* und ihrer Mitarbeiter betreffen geeignete Zellen-Konstruktionen. Konzentrationsunterschiede werden durch die Kreislaufführung des Wassers mit Frischwasserzufuhr außerhalb der Zelle vermieden¹³⁾. Druckschwankungen werden dadurch ausgeglichen¹⁴⁾, daß die beiden Gase je durch einen Schenkel eines U-förmigen Behälters geleitet werden, in dem sich z. B. mit Stickstoff als Gegenruckgas gefüllte, mit Durchlaßventilen verbundene Tauchglocken befinden. Im Falle ungleichen Abströmens der beiden Gase verlagert sich der Flüssigkeitsspiegel in beiden Schenkeln. Das Steigen der Glocke auf der druckniederen bzw. ihr Fallen auf der druckhöheren Seite bewirkt durch Öffnen oder Schließen der Ventile den Druckausgleich. Für Nieder- bzw. Hochdruckbetrieb werden konzentrische Hohlzylinder-Elektroden in

Vorschlag gebracht¹⁵⁾. Nach einem weiteren Patent¹⁶⁾ ist der Kathodenraum einer jeden Zelle erheblich kleiner dimensioniert als der Anodenraum und die Anodenseite jeder bipolaren Elektrode weist eine stromleitend damit verbundene Vorelektrode auf. Schwankungen des Elektrolytspiegels sollen mit Hilfe besonderer Hochbehälter begrenzt werden¹⁷⁾. Zum Auffangen des in jeder Zelle in Freiheit gesetzten Wasserstoffs und Sauerstoffs ist ein gemeinsamer Behälter mit innerer Scheidewand vorgesehen¹⁸⁾. Die Bipolar-Elektroden¹⁹⁾ weisen nahe am Zellenboden Aussparungen auf, die gegenüber denen der benachbarten Elektroden versetzt sind. Zur Erleichterung des Elektrolytumlaufs können²⁰⁾ Gasableitung und Flüssigkeitsrückführung durch ein Einsatzstück verbunden werden, dessen Abströmöffnung unterhalb oder unmittelbar über dem Wasserspiegel liegt. Die bereits erwähnten konzentrischen Hohlzylinder-Elektroden werden mit den Diaphragmen durch Deckelplatten abgeschlossen, die wiederum mittels einer zentralen Befestigungsvorrichtung zusammengehalten werden²¹⁾. Andere Patente²²⁾ sehen im gleichen Zusammenhang vor, daß jedes durch die doppelwandige Ausbildung der konzentrisch-hohlzylindrischen Elektroden entstandene Zellenabteil seitliche Öffnungen aufweist, die über Distanz- oder Paßstücke derart mit den gleichartigen Zellenabteilen der folgenden Elektroden verbunden sind, daß der dadurch gebildete Kanal im Zentralkörper mündet; am oberen Rand der Zellenkammern kann dabei statt der Distanz- oder Paßstücke auch ein mit abgedrehten Flächen ausgestatteter Abstandsring mit zwei diagonal gegenüberstehenden Rändern vorgesehen werden. Bei einem Wasserzersetzer mit äußerer Umlaufleitung für den Elektrolyten ist die Einrichtung so getroffen²³⁾, daß die Umlaufleitung für den aufsteigenden Teil der Flüssigkeit in den Zuflußstrang am annähernd tiefsten Punkt in Richtung der Strömung einmündet. Schließlich soll die kathodische Überspannung durch Zusatz von 0,5 g Chromat, Molybdat, Wolframat, Niobat oder Titanat je Liter Wasser beseitigt werden, wobei sich etwa gleich große Anteile Alkalichromat und Alkaliwolframat als besonders vorteilhaft erweisen²⁴⁾. — *Stoltz*²⁵⁾ bewirkt eine kräftige, ungestörte Umwälzung des Elektrolyten dadurch, daß er die mit Gas beladene Lösung (getrennt von der entgasten) durch besondere Räume aufsteigen läßt, die jeweils durch eine Nebenelektrode und eine Hilfscheidewand gebildet werden; nahe am Diaphragma kann dabei²⁶⁾ eine durchbrochene Vor-Elektrode so angeordnet werden, daß eine Parallel-Platte zwischen ihr und der Grundplatte oben und unten Öffnungen für einen zwangsläufigen Umlauf freiläßt. *Rosenkranz*²⁷⁾ elektrolysiert eine wäßrige Arsenik-Suspension, um anodisch Arsensäure und kathodisch Wasserstoff zu erzeugen.

Über die Druckelektrolyse gibt *Waeser*²⁸⁾ einen allgemeinen Überblick. *Neureuther*²⁹⁾ baut seinen Zellenkörper so auf, daß sämtliche Einzelteile, wie Elektroden, Diaphragmen, Isolierstofflagen usw. übereinander gelegt und unter Freilassung der eigentlichen Zellräume sowie der Elektrolyt- bzw.

*) Zwischen 1. Dezember 1938 und 31. Dezember 1941 wurden 94 Arbeiten und Patentschriften in veröffentlichungs-chronologischer Reihenfolge berücksichtigt; s. a. Chem. Fabrik 12, 189 [1939].

¹⁾ Ann. Office nat. Combustibles liquides 13, 313 [1938] (C. 1939 I, 1622).

²⁾ Ind. Engng. Chem., ind. Edit. 30, 1139 [1938] (C. 1939 I, 3238).

³⁾ Chemiker-Ztg. 64, 213 [1940].

⁴⁾ Chem. Fabrik 11, 505 [1938]; Z. Ver. deutsch. Ing. 83, 346 [1939].

⁵⁾ Oil and Soap 16, 29 [1939] (C. 1939 I, 3780).

⁶⁾ Trans. Inst. chem. Technol. Ivanovo (USSR) [Russ.] 1939, Nr. 2, 47 (C. 1940 I, 2216).

⁷⁾ D. R. P. 676 638 [1936] (s. Chem. Fabrik 13, 21 [1940]).

⁸⁾ D. R. P. 680 786 [1936] (s. Chem. Fabrik 13, 297 [1940]).

⁹⁾ Amer. Pat. 2 182 747 [1938]; Ital. Pat. 372 919 [1939].

¹⁰⁾ Amer. Pat. 2 202 374 [1936].

¹¹⁾ Chem. Fabrik 12, 69 [1939].

¹²⁾ Oil and Soap 16, 36 [1939] (C. 1939 I, 3780).

¹³⁾ Norweg. Pat. 618 25 [1937].

¹⁴⁾ D. R. P. 671 278 [1935] (s. Chem. Fabrik 12, 276 [1939]; von *Pichler*); Amer. Pat. 2 208 352 [1936]; Öst. Pat. 152 287 [1936]; Schweiz. Pat. 196 639 [1936]; Franz. Pat. 813 423 [1936]; Brit. Pat. 473 103 [1936].

¹⁵⁾ D. R. P. 668 141 [1935] (s. Chem. Fabrik 12, 46 [1939]); *Dähling*; s. Fußnoten 21, 22, 30/32 u. 34.

¹⁶⁾ D. R. P. 675 673 [1936] (s. Chem. Fabrik 12, 477 [1939]); *Schirmer*.

¹⁷⁾ D. R. P. 675 814 [1935] (s. Chem. Fabrik 12, 478 [1939]); *Schirmer*.

¹⁸⁾ D. R. P. 682 913 [1936] (s. Chem. Fabrik 13, 297 [1940]); *Schirmer*.

¹⁹⁾ D. R. P. 682 914 [1936] (s. Chem. Fabrik 13, 297 [1940]); *Schirmer*.

²⁰⁾ D. R. P. 684 796 [1937] (s. Chem. Fabrik 13, 438 [1940]); von *Pichler*.

²¹⁾ D. R. P. 690 098 [1937] (s. Chem. Fabrik 14, 87 [1941]); *Olsen*; s. Fußnoten 15, 22, 30/32 u. 34.

²²⁾ D. R. P. 691 872 [1936], 701 900 [1936] (s. Chem. Fabrik 14, 106, 291 [1941]); von *Pichler* s. Fußnoten 15, 21, 30/32 n. 34.

²³⁾ D. R. P. 691 491 [1936] (s. Chem. Fabrik 14, 205 [1941]); von *Pichler*.

²⁴⁾ D. R. P. 701 803 [1935] (s. Chem. Fabrik 13, 297 [1940]); *Birrt*. ²⁵⁾ Franz. Pat. 850 671 [1939].

²⁶⁾ D. R. P. 679 473 [1936] (s. Chem. Fabrik 13, 129 [1940]).

²⁷⁾ Russ. Pat. 58 371 [1938].

²⁸⁾ Technik für Alle 1941, 23.

²⁹⁾ D. R. P. 676 917 [1934] (s. Chem. Fabrik 12, 389 [1939]).

Gasleitungen aufeinander geblockt werden. Zum Teil anknüpfend an die bereits erwähnten Patente über konzentrische Hohlzylinder-Elektroden³⁰⁾ usw., hat sich die *Siemens & Halske A.-G.*³¹⁾ eine besondere Einrichtung für den Elektrolytumlauflauf bei Druckzersettern schützen lassen, wobei die Nachfüleinrichtung hinsichtlich des Volumens des Gasableitungsrohres so gewählt wird, daß es bei ihrem Ansprechen sofort zum wirksamen Umlauf kommt. Nach einem ihrer anderen Patente³²⁾ werden die konzentrischen Hohlzylinder-Elektroden unter Zwischenlagen von Dichtungsmaterial in aufeinander geschobenen hohlkegelstumpfförmigen Ringen um einen zentralen Führungskörper angeordnet, wobei die Elektroden, ohne in die Ringe überzugehen, durch Ringvorsprünge in ihrer Lage festgehalten werden. *Mentzel*³³⁾ verfertigt Diaphragmen von elektrolytischen Druckzsettern aus Asbestpappe (Asbestfasern und Celluloseäther), gegen die feine Lochblechelektroden gepreßt werden. Ein elektrolytischer Druckzersetzer von *Olsen*³⁴⁾ umfaßt konzentrisch angeordnete Elektrodenkonstruktionen aus einzelnen Bauelementen, nämlich aus zwei oben verbundenen Hohlzylindern, dem über den äußeren gelochten Hohlzylinder gelegten Diaphragma und darüber einem weiteren, dicht umschließenden Hohlzylinder. Die beiden oben verbundenen, den Hohlraum einer Polarität bildenden Hohlzylinder werden zweckmäßig an einer Stelle der Länge nach geschlitzt, worauf dann der Schlitzraum nach dem Verschweißen der Schlitzkanten mit Isolierstoff gefüllt wird. Die das Diaphragma außen umgebende Elektrode besteht aus einem längsverpleißten Drahtnetz. Der innere der beiden Hohlzylinder wird oben kragenförmig nach außen umgebogen.

D. Wassergasverfahren

Ein Diagramm über die Stoff- und Wärmeberechnung der CO-Wasserdampf-Konversion rührt von *Aerow u. Matrosow*³⁵⁾ her. Nach *Kurokawa u. Takenaka*³⁶⁾ ist Eisenoxyd mit 10 (bis 20) % Cr₂O₃ und 3% MgO bei 500—550° ein guter und widerstandsfähiger Konvertierungskatalysator. Einige Patente der *Solvay Process Co. (Bordwell, Porter)*³⁷⁾ beziehen sich auf die Vergasung bituminöser Brennstoffe mit Heißluft, ihre Teilverbrennung und Umsetzung mit Wasserdampf, auf die partielle Oxydation von Naturgas mit sauerstoffangereicherter Luft über Konvertierungskontakten sowie auf die Verbrennung von kohlenwasserstoffhaltigen Gasen mit Wasserdämpfen und Heißluft bei Temperaturen oberhalb 982°. Die *American Magnesium Metals Corp. (Hansgig)*³⁸⁾ arbeitet in der Weise, daß sie CO und Wasserdampf über Katalysatoren aus MgO, Alkalicarbonat und oxydisches Eisen-erz bzw. über solche leitet, die aus MgO, CaCO₃ und Kohle (mittels Asphalt emulsion gekörnt und bei 600—800° unter Luftabschluß gebrannt) bestehen; über letzteren erfolgt die Konversion bei 320—400° und 6—20 at. *Iwanowski u. Braude*³⁹⁾ erzielen einen geeigneten Kontakt aus Aktivkohle, die sie nach Zusatz von Mo-Salzen und Sulfitecelluloseabläuge mit Kalisalzlösung (KCNS) tränken und bei 750—830° glühen. Eine von der *Gewerkschaft Victor Stickstoffwerke (Braune)*⁴⁰⁾ empfohlene Kontaktmasse wird aus Fe(OH)₃ oder gemahlenem Raseneisenerz oder Braunstein hergestellt, die mit geringen Mengen Chromalaun und MnSO₄-Lösung angefeuchtet, oberhalb 100° scharf getrocknet, nochmalsangepastet, geformt und unter 100° langsam getrocknet werden. An Wasserstoff reiche und an Kohlenoxyd arme Gase gewinnt die *I. G. Farbenindustrie A.-G. (Sabel)*⁴¹⁾ in Generatoren mit Schwelaufsätzen, wobei die in diesen entstandene heiße Grude vor dem Absinken in die Vergaser auf diejenige Temperatur abgekühlt wird, die für Erzeugung CO-armen Gases geeignet ist.

E. Die Verarbeitung von Koksofengas und ähnlichen Gasen.

*Maier*⁴²⁾ berichtet über Nickel-Katalysatoren zur Umwandlung⁴³⁾ von Methan in Wasserstoff und Kohlenoxyd.

*Ogura u. Huzimura*⁴⁴⁾ haben über die Wasserstoff-Gewinnung aus Erdgas von Formosa gearbeitet; die Umsetzung von Methan mit Wasserdampf erfolgt am besten im Mengenverhältnis 10 zu 7 bei 600° über einem bei 500° geglühten bzw. bei 300—500° reduzierten Katalysator aus 1 Teil Ni auf 0,043 Teile Al₂O₃ mit 10 Teilen Kaolin, wobei der Stundendurchsatz 100 Volumina CH₄ auf 1 Volumen Katalysator betragen kann. Einige Patente der *Standard Oil Development Co. (Swaney, Spicer, Davis)*⁴⁵⁾ beziehen sich auf Beschleuniger für die Teilverbrennung von Kohlenwasserstoffgasen. Man soll z. B. MgO mit Nickelnitrat-Lösung tränken, erhitzen, tablettieren und reduzieren (bei 830° aus CH₄ und überschüssigem Dampf-Wasserstoff mit nur 0,9% CH₄) oder man soll schwefelhaltige oder mit Schwefel gemischte Kohlenwasserstoffe über Kontakte aus Metallen der 6. Gruppe des periodischen Systems der Elemente leiten (besonders W als Oxyd oder Sulfid verstärkt durch die Oxyde von Mg, Zn, Al oder Th), die von Metallen der Eisen-Gruppe frei sind, oder man soll angeteigte Massen aus NiO, MgO und 0,5—2% Schmieröl glühen. Die *Ges. für Linde's Eismaschinen A.-G.*⁴⁶⁾ verdünnt den zur partiellen Oxydation von z. B. Methan dienenden Sauerstoff mit CH₄ selbst oder mit Wasserdampf. *Jenneß*⁴⁷⁾ benutzt als Katalysator NiO mit Cu- oder Fe-Pulver nach Reduktion und hat sich mit der *Intermetal Corp.*⁴⁸⁾ die Anwendung derartiger Katalysatoren schützen lassen, um aus Kohlenwasserstoffgasen mit überschüssigem Wasserdampf (zunächst 560—600°, dann rasch auf 400—475° senken) einen Wasserstoff mit geringen Restgehalten an CH₄ und CO zu erzielen. Die *Hercules Powder Co. (Slapleigh)*⁴⁹⁾ läßt Kohlenwasserstoffgase mit Wasserdämpfen durch senkrechte Rohre abwärts strömen, während die Heizgase den Rohrkörper dadurch in einer aufsteigenden Spirale umspülen, daß Brenner in verschiedener Höhe tangential angebracht sind. Die *Heinr. Koppers G. m. b. H. (Koppers, Totzek)*⁵⁰⁾ erhitzt das CH₄-Dampf-Gemisch in Regeneratoren; die aus ihren Mittelteilen abgezogenen Aufheizgase werden ganz oder teilweise mit der zur Aufheizung der Regeneratoren dienenden kalten Verbrennungsluft gemischt. Die *Koppers N. V.*⁵¹⁾ schildert in einem Patent ihr Kohlenwasserstoff-Dampf-Spaltverfahren, bei dem die Abgase so durch einen turmartigen Wärmespeicher geleitet werden, daß die Temperaturdifferenz zwischen Gas und Speicherfüllung 300° nicht übersteigt. Die *Kellogg Co. (Roberts)*⁵²⁾ verarbeitet durch Mono- oder Diäthanolamin entschwefelte Gemische aus CO₂ und CH₄ mittels Wasserdämpfen in Synthesegas-Generatoren bei etwa 815° auf ein CO—H₂-Gemisch. Einige Patente der *Ges. für Linde's Eismaschinen A.-G.*⁵³⁾ beziehen sich auf die Teilverbrennung von Methan mit Hilfe von sauerstoffhaltigen Gasen in Zweischachttöfen; das methanreiche Gas wird dabei periodisch abwechselnd in dem einen Schacht beim Abwärtsströmen regenerativ angewärmt, am Fuß des Schachts mit Sauerstoff umgesetzt und im anderen Schacht beim Aufwärtsströmen regenerativ abgekühlt; der notwendige Sauerstoff wird unabhängig von der Gasströmungsrichtung dauernd etwa je zur Hälfte in die beiden Schächte unten eingeleitet. Die *I. G. Farbenindustrie A.-G. (Sabel, Keilig)*⁵⁴⁾ bedient sich bei der Umsetzung zwischen Kohlenwasserstoffen und Wasserdämpfen periodisch aufgeheizter Kammern, deren Wärmespeichereinbau mit sauerstoffübertragenden Massen (Bauxit oder Oxyde von Mn, Cu, Zn, Cr oder dgl.) zwecks Verhütung der Rußbildung überzogen ist, wobei die Kammerfüllungen⁵⁵⁾ so auf Rosten gelagert sind, daß jede Schicht für sich durch Stützen ausgewechselt werden kann. — Die *Deutsche Gold- und Silber-Scheideanstalt vorm. Roessler*⁵⁶⁾ spaltet Kohlenwasserstoffgase unter Zufügung des mindestens 1,5fachen desjenigen Sauerstoffs, der zur Explosion nötig ist, und läßt in schneller Folge jedesmal expandieren. Die *Bayer. Stickstoffwerke A.-G. (Wildhagen, Wendlandt, Dolde)* hat sich die kontinuierliche, thermische Spaltung von Kohlenwasserstoffgasen (besonders Acetylen) schützen lassen; in der Raumzeiteinheit wird dem Spaltraum wenigstens das ungefähr zehnfache der an sich für die flammenartige Spaltung notwendigen Gas-

³⁰⁾ S. Fußnoten 15, 21, 22 [31, 32, 34].

³¹⁾ D. R. P. 672 851 [1936] (s. Chem. Fabrik 13, 20 [1940]).

³²⁾ D. R. P. 672 909 [1934] (s. Chem. Fabrik 13, 20 [1940]).

³³⁾ D. R. P. 674 127 [1932] (s. Chem. Fabrik 13, 129 [1940]).

³⁴⁾ D. R. P. 682 019 [1934], 683 796 [1935], 683 797 [1936] (s. Chem. Fabrik 13, 277, 278 [1940]); vgl. Fußnoten 15, 21/22, 30/32.

³⁵⁾ Z. chem. Ind. [russ.] 16, Nr. 4/5, 54 [1939] (C. 1940 I, 773).

³⁶⁾ J. Fuel Soc. Japan 19, a 21—a 26 [1940] (C. 1940 I, 3972).

³⁷⁾ Amer. Pat. 2 135 693—2 135 694 [1930], 2 135 695 [1937].

³⁸⁾ Holl. Pat. 44 648 [1936]; D. R. P. 677 103 [1933].

³⁹⁾ D. R. P. 707 414 [1933].

⁴⁰⁾ Metal Progr. 34, 64 [1938] (C. 1939 I, 1622).

⁴¹⁾ Génie civil 115 (59), 461 [1939] (C. 1940 I, 2044); *Berthelot*.

³⁹⁾ Russ. Pat. 55 786 [1938].

⁴¹⁾ D. R. P. 678 560 [1937].

⁴⁴⁾ Rep. natur. Gas Res. Inst., Government Formosa 1939, Nr. 4, 1 (C. 1940 I, 2692).

⁴⁵⁾ Amer. Pat. 2 125 743 [1935], 2 135 058 [1932], 2 137 101 [1935].

⁴⁶⁾ Brit. Pat. 493 259 [1938]; Franz. Pat. 806 085/49 225 [1938].

⁴⁷⁾ Amer. Pat. 2 136 509 [1935].

⁴⁸⁾ Amer. Pat. 2 164 292 [1939].

⁴⁹⁾ D. R. P. 682 018, 685 443 [1938].

⁵⁰⁾ Belg. Pat. 436 705 [1939].

⁵¹⁾ D. R. P. 699 489, 707 373 [1938]; *Karwat* (s. Chem. Fabrik 14, 399, 437 [1941]).

⁵²⁾ D. R. P. 679 601 [1936] (s. Chem. Fabrik 13, 210 [1940]).

⁵³⁾ D. R. P. 695 541 [1936] (s. Chem. Fabrik 14, 202 [1941]).

⁵⁴⁾ Franz. Pat. 494 090 [1937].

menge zugeführt⁵⁷⁾; die thermische Dissoziation⁵⁸⁾ kann auch teilweise durch Abkühlung aus dem Temperaturgebiet beginnender oder vollständiger thermodynamischer Beständigkeit bewirkt werden (nicht über 2 at, Abkühlung durch Einleiten kalter Gase in den Reaktionsraum, Metallcarbonyle als Kontakte). Ein Vorschlag der *I. G. Farbenindustrie A.-G. (Winkler, Feiler)*⁵⁹⁾ geht dahin, Kohlenwasserstoffgase auf 900° und mehr zu erhitzen; in den periodisch aufheizbaren Kammern mit wärmespeicherndem, u. U. katalytischem Einbau wird während des Aufheizens durch Sauerstoff-Zufuhr für Verbrennung des Rußkohlenstoffs gesorgt. — Ein weiteres Patent der *I. G. Farbenindustrie A.-G.*⁶⁰⁾ hat die Teilverflüssigung geeigneter Gase unter Mitbenutzung eines mit Kohlenwasserstoff-Fractionen besetzten Waschturmes zum Gegenstand. Die *Air Liquide, Soc. anon. pour l'Étude et l'Exploitation des Procédés Georges Claude*⁶¹⁾ trennt aus Kokereigas durch Kühlung und Verflüssigung oder nur durch erstere zunächst zwei Bestandteile ab; der weniger flüchtige, flüssige Bestandteil wird mit dem gasförmigen so gemischt, daß er nicht gänzlich vergast, und dann im Wärmeaustausch gegen Frischgas geführt. Die *Ges. für Linde's Eismaschinen A.-G.*⁶²⁾ gleicht Schwankungen in der Rohgaszusammensetzung durch Vorkondensation vor der ersten Kolonne aus.

F. Die Ammoniak-Abspaltung.

*Gettig*⁶³⁾ zersetzt in einem Ofen bei 600—900° und läßt den heißen Wasserstoff (für elektrische Großschweißmaschinen) im Wärmeaustausch gegen das flüssige Ammoniak abziehen. Auch der Beitrag von *Wischniewski*⁶⁴⁾ bezieht sich in erster Linie auf die Spaltapparatur aus konzentrischen Rohren (Außenringraum $t = 500-550^\circ$, Innenraum = 600°) mit Wärmeaustauschern.

G. Verschiedene Verfahren.

*Brunot*⁶⁵⁾ hat Wasserstoff als Kühlmedium für rotierende elektrische Maschinen vorgeschlagen. — Die *Soc. Int. des Carburants „Brevet Consalvo“*⁶⁶⁾ erzielt Wasserstoff durch

- ⁵⁷⁾ Franz. Pat. 834 031 [1938]; D. R. P. 675 431 [1936] (s. Chem. Fabrik 13, 337 [1940]).
⁵⁸⁾ Schweiz. Pat. 206 733 [1938].
⁵⁹⁾ D. R. P. 675 669 [1934] (s. Chem. Fabrik 13, 193 [1940]).
⁶⁰⁾ Franz. Pat. 820 606 [1937].
⁶¹⁾ D. R. P. 705 563 [1935] (s. Chem. Fabrik 14, 354 [1941]).
⁶²⁾ Steel 106, Nr. 17, 58 [1940] (C. 1941 II, 1893).
⁶³⁾ Autogene Ind. [russ.] 8, Nr. 12, 7 [1937] (C. 1939 I, 492).
⁶⁴⁾ Trans. Amer. Soc. mechan. Engr. 62, 613 [1940] (C. 1941 I, 414).
⁶⁵⁾ Belg. Pat. 426 221 [1938].

Carbid-Reduktion eines ZnO-H₂O-CO₂-Gemisches. *Jaubert* läßt zerkleinertes Ferrosilicium mit NaOH-Lauge in Generatoren reagieren, wobei die durch Rohrsysteme übertragene Reaktionswärme zugleich zur Zündung der nächsten Generatoren dient⁶⁷⁾; nach einem weiteren Patent⁶⁸⁾ soll die Regelmäßigkeit der Druckgasentbindung durch indirekte Wasserkühlung gefördert und statt NaOH besser eine KOH-NaOH-Mischung oder eine solche aus Pottasche und Kalkmilch Anwendung finden, um die schnelle Entleerung der länger pastenförmig bleibenden Rückstände aus den Entwicklern zu sichern. *Avatanco*⁶⁹⁾ entwickelt Wasserstoff aus Wasser und Aluminium, das mittels Quecksilber-Salzen, Soda-Lösung, Pottasche, Ammoniakwasser, Kalkmilch oder dgl. voraktiviert ist. — Hinsichtlich der Wasserstoff-Reinigung ist beachtlich, daß *Kawakita u. Ichiyangi*⁷⁰⁾ kleine CO-Mengen unter Anwendung von reduziertem Eisen als Katalysator beseitigen (350—400°). *Broschtschewski u. Jefremowa*⁷¹⁾ entschwefeln wasserstoffhaltige Gase durch Siderit, der mit NaOH- oder Na₂CO₃-Lösung vorbehandelt wurde. — Um Wasserstoff herzustellen, der kalte atomare Bestandteile aufweist, bedienen sich *Kroepelin u. Vogel*⁷²⁾ einer Apparatur mit Kühlflächen, die mit Überzügen aus primären oder sekundären Phosphaten bzw. Sulfaten und Phosphorsäure als Antikatalysator versehen sind. — Auch aus dem Sondergebiet des „schweren“ Wasserstoffs⁷³⁾ bzw. Wassers liegen mehrere Patente vor. *Hansgirt*⁷⁴⁾ entfernt Deuterium durch systematische Absorption mit Wasser aus Wasserstoffgas. Bei der Darstellung schweren Wassers benutzt *Jakimenko*⁷⁵⁾ zum Speisen der Elektrolyt-saure Kondenswasser von den aus eben diesen Gefäßen entweichenden Dämpfen. Die *Chem. Foundation Inc. (Pegram)*⁷⁶⁾ verneuert die in Betracht kommende Isotopen-Konzentration in Dünnschicht-Destillationskolonnen mit abwechselnd umlaufenden und feststehenden Tellern. *Knowles*⁷⁷⁾ endlich hat ein Stufenverfahren zur Anreicherung von schwerem Wasser bzw. Wasserstoff mittels Elektrolyse angegeben, das in mehreren Zersetzereinheiten arbeitet. Der abgeführte Dampf wird vor dem Waschen der Gase kondensiert, um Speisewasser für den nächsten Zersetzer zu gewinnen. Die Abgabe jeder Zelle werden mit dem Speisewasser der gleichen Stufe gewaschen.

Eingeg. 28. März 1942. [29.]

- ⁶⁷⁾ Franz. Pat. 857 273 [1939].
⁶⁸⁾ Ital. Pat. 355 342 [1937].
⁶⁹⁾ J. Soc. chem. Ind. Japan, suppl. Bind. 43, 121 B [1940] (C. 1941 I, 413).
⁷⁰⁾ Russ. Pat. 56 684 [1939].
⁷¹⁾ D. R. P. 675 250 [1935]; s. a. D. R. P. 607 115.
⁷²⁾ *Waeser*, Technik für Alle 1941, Heft 2, 75.
⁷³⁾ Russ. Pat. 57 968 [1940].
⁷⁴⁾ Brit. Pat. 487 086 [1936].
⁷⁵⁾ Amer. Pat. 2 218 342 [1938].
⁷⁶⁾ D. R. P. 666 393 [1935] (s. Chem. Fabrik 12, 103 [1939]).

3. Ammoniak und Ammonsalze*)

In allgemeinen Berichten beschäftigen sich *Maxted*¹⁾, *Roschier*²⁾, *Erkko*³⁾, *Waeser*⁴⁾, *di Casavecchia*⁵⁾, *Mugliomi*⁶⁾ und *Mandø*⁷⁾ mit dem Gesamtgebiet der Stickstoff-Industrie. *Quinn u. Carr*⁸⁾ bringen eine Zusammenstellung über wasserfreies Ammoniak. Von technischer Bedeutung ist die Normung von Durchgangsventilen für Ammoniakleitungen nach DIN 3163 vom April 1939⁹⁾.

A. Die Ammoniak-Synthese.

Eine ganze Reihe von Beiträgen betrifft die Katalysatoren selbst. *Kamsolkin u. Liwshitz*¹⁰⁾ haben hinsichtlich der vergiftenden Wirkung von Ölen festgestellt, daß dafür die bei 400—500° auftretenden Zersetzungsprodukte des Öls verantwortlich zu machen sind; der Aktivitätsverlust ist unabhängig von der Anfangstemperatur, wächst an sich mit der Ölmenge und dem Druck, nimmt jedoch auf der anderen Seite beim Ansteigen der Temperatur ab. Ein Bericht von *Hodgson*¹¹⁾ über die Ammoniak-Gewinnung in Trail ist auch

technisch interessant. *Kamsolkin u. Liwshitz*¹²⁾ haben auch zur Frage der Wasserdampf-Vergiftung von Kontaktmassen Stellung genommen (drei verschiedene Eisen-Katalysatoren bei 300 und 800 at, 400—525° und Raumgeschwindigkeiten von 15 000, 30 000 und 45 000), wobei der Wassergehalt der Synthesegase zwischen 0,01 und 0,05 % lag. Der Dampf wirkt stets, u. zw. um so stärker vergiftend, je weniger aktiv der Katalysator an sich ist. Beim Ansteigen von Druck und Konzentration wächst auch die Giftwirkung, die mit dem Zunehmen der Temperaturen i. allg. einem Maximum zustrebt. Die Vergiftung erklärt sich wahrscheinlich durch eine Verminderung der oberflächenaktiven Stellen. *Grinewitsch*¹³⁾ hat eine kleine Kolonne für die Katalysatorprüfung angegeben, die aus einem U-Rohr besteht, das in sich aus einem Chromvanadin- und einem V2A-Rohr zusammengeschweißt ist. Der Abführung der Gase dient ein T-Stück; die Hülse für das Thermoelement füllt das Kontaktrohr bis kurz über die Kontaktschicht aus; die Erhitzung geschieht in einem Muffelofen. *Telegin u. Sidorow*¹⁴⁾ bringen Einzelheiten der Elektro-schmelze von Katalysatoren. In die Schmelzwanne wird körniger Magnetit unter Zuschlag von 4,5% Aluminiumoxyd und 5,3% Kaliumnitrat eingesetzt; für die Stromzuführung sind zwei wassergekühlte Elektroden vorhanden; das gewonnene Produkt wird im Stickstoff-Wasserstoff-Gemisch bei 400—525° und 200 bzw. 300 atü auf Brauchbarkeit geprüft. Der benutzte Magnetit kann auch künstlich durch Oxydation

*) Zwischen 1. Januar 1939 und 31. Dezember 1941 wurden insgesamt 125 Arbeiten oder Patentschriften in veröffentlichungschronologischer Systematik berücksichtigt; vgl. Chem. Fabrik 12, 370 [1939]; C. = Chem. Zentralblatt.

1) Chem. Age 39, 511 [1938]; C. 1939 I, 1621.

2) Suomen Kemistilehti 13 A, 43 [1940]; C. 1941 I, 2434.

3) Ebenda 13 A 44 [1940]; C. 1941 I, 2434.

4) Techn. für Alle 1940, 282; 1941, 326.

5) Chim. Ind., Agric., Biol., Realizaz. corp. 17, 94 [1941]; C. 1941 II, 1893.

6) Ebenda 17, 10 [1941]; C. 1941 II, 2853.

7) Ebenda 17, 29 [1941]; C. 1941 II, 2853.

8) Water Works Sewerage 88, 132 [1941]; C. 1941 II, 1893.

9) Chem. Fabrik 13, 111 [1940].

10) Z. chem. Ind. [russ.] 14, 1225 [1937]; C. 1939 I, 1621 (1936 II, 522, 1937 II, 642).

11) Canad. Min. Metallurg. Ind. Nr. 319, Bull. Sect., 524 [1938]; C. 1939 I, 2050.

12) Z. chem. Ind. [russ.] 14, 244 [1937]; C. 1939 I, 3434.

13) Betriebs-Lab. [russ.] 6, 1493 [1937]; C. 1939 I, 3608 (1938 II, 2815).

14) Chem. J. Ser. B, J. appl. Chem. [russ.] 11, 588 [1938]; C. 1939 II, 493.

von Eisen mittels Sauerstoff erzeugt werden, wobei dieser am Boden des Schmelztiegels eingeleitet wird (Temp. bis 1690°)¹⁶⁾. Eine Veröffentlichung von *Klempf*¹⁶⁾ über Kontaktöfen bzw. -apparate in der chemischen Industrie ist mehr allgemeiner Art. *Wolkow* u. *Masjukewitsch*¹⁷⁾ verbreiten sich über die Abhängigkeit der Grundfaktoren bei der Ammoniak-Synthese von der Raumgeschwindigkeit, deren Einfluß auf das Volumen der umlaufenden Gase sowie auf die Leistung des Katalysators und der Wärmeaustauscher erheblich ist. Bei Wasserkühlung des Kondensators und 300 atü berechnen sich die optimalen Raumgeschwindigkeiten zu 25 000—35 000, während sie für 850 atü 120 000—150 000 betragen; bei Ammoniak-Kühlung ergeben sich 50 000—60 000 bzw. 20 000 bis 25 000 als entsprechende Werte. *Edwards*¹⁸⁾ hat ein aus Sicherheitsgründen nach 7,5 Jahren außer Betrieb genommenes Syntheserohr (Stahl mit 0,26% C, 0,47% Mn, 0,017% S, 0,022% P, 2,54% Cr, 0,24% V, 0,23% Si) geprüft und ermittelt, daß es sicher noch 20 Jahre gehalten hätte. Während sich eine Arbeit von *Bomstein*¹⁹⁾ auf die Hochdruckapparaturen der Stickstoff-Industrie schlechthin erstreckt, macht *Latschinow*²⁰⁾ eine Sonderfrage, nämlich die Ammoniak-Synthese bei 3000 at, zum Gegenstand einer kritischen Studie.

Der gleiche Verfasser hat einen Katalysator²¹⁾ angegeben, den er durch Oxydation eines Gemisches aus Eisen, Tonerde und Kalisalpetern bei 30—100 at Sauerstoff-Druck erschmilzt und der nach der Reduktion bei 300 at 25—26% des Synthesegases umsetzen soll. *Iwannikow* u. *Telegin*²²⁾ gehen grundsätzlich in ähnlicher Weise vor, indem sie eine gepulverte Mischung aus gefälltem Eisenoxydhydrat mit Aktivatoren (KOH, Al₂O₃) unter einem Druck von 3000 kg/cm² pressen und darauf reduzieren. *Roberts*²³⁾ macht aus geschmolzenem Alkalihydroxyd elektrolytisch Alkalimetall frei und leitet gleichzeitig Stickstoff ein, der Nitrid liefert, das bei nachträglicher Wasserstoff-Behandlung Ammoniak bildet. *Du Bus de Warnaffe*²⁴⁾ u. *Etienne* erhitzen ein Gemisch aus Kohlenstoff und Katalysatoren in einer Stickstoff-Atmosphäre, bis sich Dicyan bildet, das, noch warm, sofort hydrolysiert wird. Die *I. G. Farbenindustrie A.-G.*²⁵⁾ entfernt Fremdgase aus Ammoniak-Kreislauf-Synthesegasen, indem sie letztere mit flüssigem Reaktionsprodukt behandelt und die Frischgaszufuhr in einem Teil der parallelen Einzelkreisläufe, jedoch nicht im Endkreislauf, erfolgen läßt. Das Verfahren von *Firmin* u. *Gardinier*²⁶⁾ ist durch Einhaltung erheblicher Raumgeschwindigkeiten bei 300—500 atü und ungefähr 520° gekennzeichnet. *Hamburg*²⁷⁾ reduziert bei seiner Kontaktherstellung Eisen-Erze unter Zusatz der üblichen Aktivatoren zu α -Eisen, oxydiert mittels Wasserdämpfen und reduziert dann durch Wasserstoff bei etwa 450° zu Mikro-Eisen-Kristallen von 10⁻⁵ bis 10⁻⁶ cm Größe. Die *Hercules Powder Co. (Shapleigh)*²⁸⁾ geht von Methan aus, das in gewöhnlicher Weise über Nickel-Kontakten mit Wasserdämpfen konvertiert wird, um sodann als Stickstoff-Wasserstoff-Gemisch katalysiert zu werden; wenn sich das restliche Methan in den Synthesegasen auf 15—30% angereichert hat, gelangen diese in den Spalt-Ofen zurück. Für einen Vorschlag von *Wedard*²⁹⁾ ist lediglich kennzeichnend, daß der Wasserstoff für die Synthese durch Spaltung von Schwefelwasserstoff erzielt wird. *Kobosew* u. *Kljatschko-Gurwitsch*³⁰⁾ regenerieren Eisen-Kontakte der Ammoniak-Synthese unter Behandeln mit Eisencarbonyl und Erhitzen auf Temperaturen, bei denen sich dieses spaltet. *Lopatins*³¹⁾ scheidet Ammoniak aus gekühlten Kontakt-Ofen-Abgasen durch Überleiten (bei dem Synthesedruck von 200 at) über Kieselsäure- bzw. Tonerdegel oder über Aktivkohle aus. Die *Servel Inc. (Tandberg, Damsberg)*³²⁾ prüft unter Druck stehende Ammoniak-Kühler oder dgl. dadurch auf Dichtigkeit, daß sie sie z. B. in eine gelbe Lösung aus 2000 Teilen Wasser, 1000 Teilen Kreide, 10 Teilen Kaliumbichromat und 5 Teilen Phenolphthalein (in Alkohol) eintauchen läßt; der Farbumschlag in Rot zeigt dann das Austreten von Ammoniak an.

B. Ammoniak aus Destillationsgasen, Ammoniak-Absorption.

Einen nützlichen Überblick über die Verarbeitung von Ammoniakwässern liefert *Mayor*³³⁾, während u. a. *Rosendahl*³⁴⁾ über die Entphenolung von Ammoniakwasser berichtet, auf die im übrigen hier nicht eingegangen wird. In einem Aufsatz über die physikalische Chemie der Gaswasserdestillation berührt *Peakin*³⁵⁾ vornehmlich Partialdruckprobleme.

Die *Carnegie Steel Co. (Wells, Wilson)*³⁶⁾ entfernt schädliche, organische Stoffe aus Gaswasser nach der Neutralisierung bzw. dem schwachen Ansäuern mit Salz- oder Schwefelsäure durch Behandlung mit Braunstein. *Parrish, Kitching* u. *Burns*³⁷⁾ haben ein Verfahren zum Konzentrieren von Gaswasser auf 15—20% Ammoniak angegeben; das Rohwasser wird zunächst entsäuert und dann abgetrieben, wobei die Dämpfe nur bis auf 40—50° abgekühlt und mit begrenzten Mengen Gaswasser ausgewaschen werden. Das Verfahren der *Collin A.-G.*³⁸⁾, das die Herstellung von Kokerei-Ammoniak zum Gegenstand hat, erstreckt sich in erster Linie auf die Art der Schaltung von Kondensation und Teerscheidung. Die *I. G. Farbenindustrie A.-G.*³⁹⁾ treibt Ammoniak aus seinen Lösungen durch Ströme von inerten Gasen (Luft) aus, leitet das Gasgemisch durch Absorptionseinrichtungen und führt dann den Luftstrom in den Abtreiber zurück. Die *Bergwerksgesellschaft Hibernia A.-G. (Luther)*⁴⁰⁾ entfernt zunächst den Hauptteil des Schwefelwasserstoffs aus dem technischen Ammoniakwasser durch fraktionierte Destillation und fällt den Rest aus der Ammoniak-Lösung als Schwefeleisen aus. — Beim Abtreiben von Ammoniakwässern bringt die *Michigan Alkali Co. (Garrels, Roderick)*⁴¹⁾ einen Teil des Abwassers im Gemisch mit trockenem Kalk in den Abtreiber zurück, um dort zu große Verdünnung zu vermeiden. Die *I. G. Farbenindustrie A.-G. (Haltmeier)*⁴²⁾ hat sich die gleichzeitige Rückgewinnung von Ammoniak und Wärme aus gebrauchten Kupferkunstseide-Fällwässern nach Zusatz von Natronlauge mittels Gegenstromdampf schützen lassen.

Ein erheblicher Teil derjenigen Patente, die das Herauswaschen von Ammoniak aus Gasen zum Ziele haben, verbindet damit die Entschwefelung⁴³⁾ und strebt dabei zugleich an, aus Ammoniak und Schwefelwasserstoff Ammonsulfat zu erzeugen. Die *I. G. Farbenindustrie A.-G.*⁴⁴⁾ leitet Gase, aus denen Ammoniak entfernt werden soll, über mikroporige, hydrophile Adsorbentien, wie feuchte Kieselsäure- oder Tonerde-Gele. Gase mit Ammoniak und Schwefelwasserstoff werden von ihr einer Vorstufenwaschung mit Ammoniumsulfit-(Bisulfid)-Lösung, dann einer Hauptwaschung mit alkalischer Schwermetalllösung und schließlich noch einer Nachwaschung mit Sulfid (Bisulfid) unterzogen⁴⁵⁾. Derartige saure Ammonsulfat-Lösungen sollen nach einem weiteren Patent⁴⁶⁾ durch sauerstoffhaltige Gase (Luft) zu etwa 15% vorsulfatiert werden, ehe man sie druckverkoht. Wenn solche alkalischen Lösungen⁴⁷⁾ zum Auswaschen von Ammoniak-Schwefelwasserstoff, Kohlensäure oder Blausäure Verwendung finden, die sich durch Erhitzen wiederbeleben lassen, werden die dabei entweichenden Dämpfe in Mehrstufen, kühlung kondensiert. Ein anderes Patent⁴⁸⁾ der *I. G. Farbenindustrie A.-G.* führt dazu ferner aus, daß ein Gemisch aus z. B. 70 Teilen Ammoniak auf 25 Teile H₂S bei 70° durch aliphatische Amine mit nur einer Oxalkyl-Gruppe (z. B. Mono-athanolamin) gewaschen werden soll, wobei lediglich Ammoniak entweicht (H₂S nur in Spuren), während das Rest-Amin beim Erwärmen H₂S mit 3—10% Ammoniak liefert. Waschlösungen⁴⁹⁾ aus Phenolaten, Kresolaten oder Salzen von Xylenolen, Naphtholen, Alanin, Taurin oder dgl., die außer Ammoniak noch CO₂, H₂S, SO₂, HCN oder dgl. enthalten, geben beim Erwärmen auf 40—90° ausschließlich Ammoniak ab. — *Sakimin*⁵⁰⁾ friert aus Kokereigas bei gewöhnlichem Druck und 0° Wasser sowie Naphthalin aus und entfernt sodann Roh-

¹⁶⁾ Ebenda II, 1064 [1938]; C. 1939 II, 493.

¹⁷⁾ Z. Ver. dtsh. Ing., Beih. Verfahrenstechn. 1939, 122.

¹⁸⁾ Z. chem. Ind. [Russ.] 16, Nr. 2, 31 [1939]; C. 1939 II, 2456.

¹⁹⁾ Chem. metallurg. Engng. 46, 361 [1939]; C. 1939 II, 2830.

²⁰⁾ Chem. Apparatebau [Russ.] 9, Nr. 4/5, 3 [1940]; C. 1941 I, 1584.

²¹⁾ Bull. Acad. Sci. URSS, Sér. chim. [Russ.] 1940, 963; C. 1941 I, 2694.

²²⁾ Russ. Pat. 52802 [1937].

²³⁾ Amer. Pat. 2138122 [1935].

²⁴⁾ Franz. Pat. 835582 [1938].

²⁵⁾ Russ. Pat. 54406 [1937].

²⁶⁾ Franz. Pat. 847838 [1938].

²⁷⁾ Russ. Pat. 57439 [1937].

²⁸⁾ Russ. Pat. 52907 [1937].

²⁹⁾ Belg. Pat. 430084 [1938].

³⁰⁾ Franz. Pat. 852175 [1939].

³¹⁾ Amer. Pat. 2166611 [1937].

³²⁾ Russ. Pat. 56324 [1938].

³³⁾ Amer. Pat. 2228737 [1938].

³⁴⁾ J. Usines Gaz 65, 40 [1941]; C. 1941 I, 2981.

³⁵⁾ Teer u. Bitumen 39, 21 [1941].

³⁶⁾ J. Soc. chem. Ind. 59, 81 [1940]; C. 1941 II, 2516.

³⁷⁾ Amer. Pat. 2132592 [1935].

³⁸⁾ Brit. Pat. 494023 [1937] (s. a. C. 1938 II, 4271).

³⁹⁾ Brit. Pat. 511101 [1938].

⁴⁰⁾ D. R. P. 705141 [1937].

⁴¹⁾ D. R. P. 701967 [1936] (Ohem. Fabrik 14, 309 [1941]).

⁴²⁾ Vgl. den späteren Fortschrittsbericht über das Schwefelgebiet.

⁴³⁾ Brit. Pat. 495026 [1937]; Franz. Pat. 834881 [1937] mit Zusatz 49577 [1938].

⁴⁴⁾ Brit. Pat. 501208 [1937].

⁴⁵⁾ Bähr, D. R. P. 685802 [1937].

⁴⁶⁾ Franz. Pat. 846401 [1938], 848833, 851942 [1939].

⁴⁷⁾ Russ. Pat. 55390 [1938], 57803 [1938].

⁴⁸⁾ Ital. Pat. 369290 [1938].

⁴⁹⁾ Amer. Pat. 2156843 [1935].

⁵⁰⁾ Brauns, D. R. P. 680393 [1937].

⁵¹⁾ Geissel, D. R. P. 669314, 686335 [1935].

benzol bzw. Ammoniak und Schwefelwasserstoff als NH_4SH bei -40 bis -50° . *Bondonneau* u. *Scal*⁵¹⁾ gehen von Pflanzstoffen (Blätter, Holzabfälle, Torf, Lignit usw.) aus, die sie bei niedriger Temperatur verkoken, um primär einen Teil des Ammoniaks im voraus zu gewinnen; aus dem mit Alkali- oder Calciumphosphaten gemischten Verkokungsrückstand wird dann durch Dampf bei $350-500^\circ$ das Rest-Ammoniak abgespalten. Die *Otto-Wilputte Ovenbouw Mij.*⁵²⁾ wäscht ammoniak-schwefelwasserstoff-haltige Gase mit Ferriferrocyan-Suspensionen, die sie in Türmen bei $70-80^\circ$ unter Verarbeitung der Abgase in Ammonsulfat-Sättigern wiederbelebt. *Hiller*⁵³⁾ behandelt die teer- und cyanfreien Kohledestillationsgase, in denen das Gewichtsverhältnis Ammoniak zu Schwefelwasserstoff größer als 1:1 ist, mit Eisensalzlösungen im Gegenstrom, bringt das Schwefeleisen zum Absetzen und führt die Lösung in den Betrieb zurück. Durch *v. Szombathy*⁵⁴⁾ wird empfohlen, die zu reinigenden Gase in Gegenwart von Sauerstoff mit einer Ammonthiosulfat-Lösung und einer Oxybenzol-Waschflüssigkeit als Sauerstoff-Überträger bei Temperaturen über 80° zu behandeln. *Koljander*⁵⁵⁾ weist schließlich auf die Herstellung von Ammonsulfat im Zuge des Katasulf-Gasentschwefelungs-Verfahrens hin.

C. Ammonsulfat.

Die Ammonsulfat-Gewinnung auf Kokereien hat insbes. *Thau*⁵⁶⁾ gewürdigt. *Klempt*⁵⁶⁾ u. *Röber*⁵⁷⁾ haben ermittelt, daß auf je $280\,000\text{ m}^3$ Rohgas insgesamt 63 kg Pyridinbasen mit den Sättigerabschwadern entweichen.

Ein Patent der *I. G. Farbenindustrie A.-G.*⁵⁸⁾ hat gleichermaßen die Gewinnung von Ammonsulfat als auch die von konz. Salpetersäure zum Gegenstand. Die bei der Salpetersäure-Konzentrierung anfallende dünnere Schwefelsäure wird mittels Ammoniak abgesättigt (aus der Lösung kristallisiert in der Kälte Ammonbi- oder -polysulfat aus), während die Wasserdämpfe in den Konzentrator eingeleitet werden. Die *Co. Réunions de Gaz de d'Electricité* u. *Guillet*⁵⁹⁾ waschen das aus Gasreinigungsmasse durch Abrösten entstandene Schwefeldioxyd mit Schwefelsäure, oxydieren es katalytisch und absorbieren das gebildete Schwefeltrioxyd in Form einer direkt zur Sulfat-Herstellung geeigneten Säure. Die *Staatsmijnen Limburg*⁶⁰⁾ erzeugen dadurch grobkristallinisches Ammonsulfat im Sättiger, daß sie den Gehalt an freier Säure nicht über 3% steigen lassen und Cr-, Fe- und Al-Verunreinigungen als Arseniat fällen. Die *Soc. Belge de l'Azote et des Prod. Chim. du Marly*⁶¹⁾ arbeitet in ähnlicher Weise, indem sie das zunächst dem Bade zugesetzte Arsenik durch Sauerstoff, Luft, Stickoxyde, Salpetersäure oder Chromsäure bei etwa 150° zu Arsensäure oxydiert. *Schewljagin*⁶²⁾ will dadurch Sulfat mit nicht über 2% Wasser und $0,4\%$ Säure erzielen, daß er das Bad auf $5-8\%$ Säure und die Temperatur vor dem Sättiger auf $75-80^\circ$ einstellt. *Smith* sowie die *Dorman, Long & Co. Ltd.*⁶³⁾ lassen in den tiefsten Teil ihres Sättigers ungesättigte Ammonsulfat-Lösung einströmen, um durch die infolgedessen nach aufwärts drängende Flüssigkeit das Hinunterfallen der Ammonsulfat-Kristalle zu verzögern und ihnen ein gröberes Korn zu verleihen. Handelt es sich um die Verarbeitung von Gasen zweier Kokereien, dann empfiehlt es sich, nach Angabe von *Coppée & Cie.*⁶⁴⁾ das Gas der 1. Kokerei nach der Kühlung in die Sättigerbatterie zu führen, während das der 2. Kokerei mit dem Gaswasser der Kondensatoren beider Anlagen gewaschen und dann abgetrieben wird. Die *Hungaria A.-G.*⁶⁵⁾ hält es zwecks Erzielung gleich großer Kristalle für angebracht, den Temperaturabfall zwischen dem Flüssigkeitsspiegel und dem Gasraum durch Isolierung, Wärme-regelung u. dgl. so einzustellen, daß z. B. bei Sulfat-Lösungen ($1,36 = 38^\circ \text{ Bé}$) bei 65° höchstens $0,5^\circ$ auf die ersten 10 m Länge und höchstens $1,5^\circ$ auf den übrigen Teil des Behälters entfallen. *Ogden* und die *Imp. Chem. Industries Ltd.*⁶⁶⁾ schlagen vor, eine solche Menge Kreosotöl aus Steinkohlenteer sowie

Netzmittel mit Sulfo-Gruppen in den Sättiger einzutragen, daß nur weiße Ammonsulfat-Kristalle ausfallen. Die gleiche Firma hat sich mit *Bell*⁶⁷⁾ ein Verfahren schützen lassen, um derartiges Sulfat auch aus organisch (z. B. durch Pyridinbasen) verunreinigten Ausgangsstoffen dadurch zu erzielen, daß die oben auf den alkalischen oder neutralen Lösungen schwimmenden Unreinlichkeiten abgeschöpft werden. Grobkörniges Sulfat in Gestalt von Reiskörnern gewinnt die *Gewerkschaft Mathias Stinnes*⁶⁸⁾ durch Zusatz von $0,2-1\%$ Magnesiumsulfat zur schwefelsauren Badflüssigkeit. *Neumark*⁶⁹⁾ leitet die ammoniak-haltigen Gase durch Türme, die mit Groversäure berieselt werden, die zuvor zur Entfernung von Stickoxyden mit Ammonsulfat-Mutterlauge behandelt wurde. Grobkristallinisches Salz entsteht den Angaben der *Koppers Co. (H. Koppers)*⁷⁰⁾ zufolge auch dadurch, daß man ein beheiztes Salzabzugsrohr an der tiefsten Stelle des Sättigerbodens unterhalb des Leitrohres zum Salzheber außerhalb des Sättigers anbringt. Die *Dr. C. Otto & Co.*⁷¹⁾ ordnet in ihrem Sättiger am unteren Ende des Salzhebers einen Druckgasverteiler in Form eines aus einem Stück geformten ringartigen Hohlkörpers an, der mit einer nach oben aus dem Sättiger herausführenden Leitung für das Druckgas in Verbindung steht und Gasaustrittsöffnungen trägt; als besonderer Vorteil wird genannt, daß die Sättigerwandung für die Druckgasrohrleitung nicht durchbrochen werden muß.

Der *Bergwerksverband zur Verwertung von Schutzrechten der Kohlentechnik (Klempt)*⁷²⁾ verkocht die Rhodanlaugen der nassen Gasreinigung in großem Überschuß mit Schwefelsäure und benutzt die erzielte, noch saure Ammonsulfat-Lösung u. a. zum Umsetzen der gleichfalls anfallenden Thiosulfat-Lauge in Ammonsulfat und Schwefel. Die *Hoesch A.-G.*⁷³⁾ wäscht bei relativ hoher Temperatur unter Mitbenutzung von Ammonsulfat-Lösung, die den Schwefel als Thiosulfat aufnimmt, das dann in Ammonsulfat überführt wird. Handelt es sich darum, aus kristallisiertem Ammonsulfat Ammoniak abzuspalten, dann mischt die *American Smelting and Refining Co. (Fleming, Perkins)*⁷⁴⁾ mit Kalk und läßt unzureichende Dampfmenge in geschlossenen Behältern einwirken. Die *A. D. Little Inc. (Marek)*⁷⁵⁾ mischt gelatinösen Schlamm aus Eisensulfat und Ammoniak mit gepulverten, wasserlöslichen Feststoffen und setzt nun die gesamte Masse in Bewegung der Einwirkung eines sauerstoff-abgebenden Gases bei etwa 150° aus, um glatt Ammonsulfat neben Eisenoxyd zu gewinnen. *Treeland*⁷⁶⁾ absorbiert gesättigte Lösungen von Ammonsulfat gemeinsam mit Chlorkalium in Sägemehl und mischt noch Graphit, Kohle, Mineralschwarz, Superphosphat usw. hinzu. Um durch Eindampfen von Ammonsulfat-Laugen, die noch freie Säure und außerdem Salze von Fe^{III} , Al oder Cr enthalten, ein reineres Produkt herzustellen, versetzt die *Imp. Chem. Industries Ltd. (Applebey)*⁷⁷⁾ mit HF, HCN, HJ, HCNS oder ihren Salzen.

*Salgado*⁷⁸⁾ hat nochmals zu der alten Frage des Ammoniak-Verlustes aus Ammonsulfat (zwei Teile), Mineralphosphatmischdüngern (vier Teile) und Chlorkalium (zwei Teile), jedoch dieses Mal unter tropischen Verhältnissen, Stellung genommen; der Verlust an Ammoniak beträgt innerhalb eines Monats $18,3\%$, die Hauptschuld an dieser betrüblichen Tatsache ist dabei dem wasserabsorbierenden Chlorkalium zuzuschreiben. Nach *Challis*⁷⁹⁾ wird das Zusammenbacken von lagerndem Ammonsulfat am sichersten dadurch verhütet, daß man den Gehalt an freier Säure unter $0,02\%$ hält. *Davis*⁸⁰⁾ verbreitet sich über die Trocknung von Ammonsulfat. Auf die Buchveröffentlichung von *Belopolski*⁸¹⁾ über die Herstellung von Soda und Ammonsulfat aus Mirabilit sei verwiesen. Bei der Verarbeitung von Gips auf Ammonsulfat schlägt *Claude*⁸²⁾ vor, den abfallenden Kalk nicht auszuwaschen, sondern ihn mit den restlichen $2-3\%$ N als Dünger nutzbar zu machen.

⁵¹⁾ Franz. Pat. 847064 [1938].

⁵²⁾ Franz. Pat. 849621 [1939].

⁵³⁾ D. R. P. 694417 [1936].

⁵⁴⁾ D. R. P. 706846 [1938].

⁵⁵⁾ Koks u. Chem. [russ.] 10, Nr. 3, 32 [1940]; Neuheiten Techn. [russ.] 9, Nr. 13/14, 44 [1940]; C. 1941 I, 2758.

⁵⁶⁾ Oel u. Kohle 37, 217, 302, 411 [1941]; C. 1941 I, 3615, II 692, 1576.

⁵⁷⁾ Chem. Fabrik 13, 65 [1940].

⁵⁸⁾ Franz. Pat. 830995 [1937].

⁵⁹⁾ Belg. Pat. 428496 [1938]; Holl. Pat. 47111 [1937]; Brit. Pat. 511390 [1938].

⁶⁰⁾ Belg. Pat. 428872 [1938]; Franz. Pat. 50021/843021 [1938].

⁶¹⁾ Koks u. Chem. [russ.] 8, Nr. 10, 44 [1938]; C. 1939 II, 1547.

⁶²⁾ Brit. Pat. 507351 [1938].

⁶³⁾ Holl. Pat. 46601 [1936]

⁶⁴⁾ Jugoslaw. Pat. 15343 [1938].

⁶⁵⁾ Brit. Pat. 515374 [1938], Amer. Pat. 2226001 [1939].

⁶⁷⁾ Brit. Pat. 515482 [1938].

⁶⁸⁾ D. R. P. 693986 [1935].

⁶⁹⁾ Russ. Pat. 56403 [1938].

⁷⁰⁾ D. R. P. 692457 [1936] (Chem. Fabrik 14, 151 [1941]; Amer. Pat. 2232115 [1938].

⁷¹⁾ D. R. P. 679044 [1931] (Chem. Fabrik 13, 61 [1940]).

⁷²⁾ D. R. P. 675816 [1937].

⁷³⁾ D. R. P. 679483 [1936].

⁷⁴⁾ Amer. Pat. 2182078 [1936].

⁷⁵⁾ Amer. Pat. 2218117 [1938].

⁷⁶⁾ Amer. Pat. 2165592 [1937].

⁷⁷⁾ Amer. Pat. 2228742 [1937].

⁷⁸⁾ Trop. Agriculturist 92, 220 [1939]; C. 1939 II, 2461.

⁷⁹⁾ Austral. chem. Inst. J. Proc. 6, 279 [1939]; C. 1939 II, 3863.

⁸⁰⁾ Blast Furnace Steel Plant 28, 253 [1940]; C. 1940 I, 3689.

⁸¹⁾ Moskau-Leningrad [russ.] 1940; 224 Seiten; C. 1941 II, 792.

⁸²⁾ C. R. hebd. Séances Acad. Sci. 213, 105; Génie civil 118 [61], 79 [1941]; C. 1941 II, 2245.

Die *American Cyanamide Co. (Hill)*⁸³⁾ erzielt festes Ammonthiosulfat durch Einleiten von Schwefeldioxyd in Ammoniak-Lösung unter Zusatz von Schwefel; bei weiterem Einleiten von Ammoniak-Gas kristallisiert das Sals aus.

D. Ammonchlorid.

Die *Great Western Electro-Chem. Co. (Hirschkind)*⁸⁴⁾ arbeitet in einem Rückflußturm, in dem einer ammoniakgesättigten Salmiak-Lauge chlorfreies Salzsäure-Gas so entgegenströmt, daß sich die Temperatur auf 70—95° hält (37—45 Proz. Salmiak-Lauge). *Schornstein u. Theberath*⁸⁵⁾ haben sich die Trennung von Gemischen aus Eisen(III)-Chlorid und Ammonchlorid zum Ziel gesetzt; sie reduzieren dazu durch Aktivkohle oder Gase bei Gegenwart fester, inerte Zuschläge. Die *National Tube Co. (Heimbach, Thompson)*⁸⁶⁾ erhitzt salmiak-haltiges, ammoniakalisches Koks-ofengaswasser in Mehrfachverdampfern unter Zweiphasen-Abtreibung und läßt Ammonchlorid auskristallisieren. Nach Angaben der *Lancaster Iron Works Inc. (Renkin)*⁸⁷⁾ soll salmiak-haltiges Kokerei-Gaswasser unter Zugabe von Aktivkohle und Umrühren konzentriert, filtriert und im Heißgasstrom zu Pulver zerstäubt werden. In Form kleiner, leicht rieselnder, nicht backender Kristalle läßt sich Salmiak nach einem Patent der *I. G. Farbenindustrie A.-G. (Philippi)*⁸⁸⁾ mit Hilfe zugefügter Pektine erhalten.

*Jewetzki u. Slobinskaja*⁸⁹⁾ haben — allerdings an sich zugeschnitten auf die Soda-Fabrikation — die Dampfdrucke von Ammonchlorid-Lösungen auf den verschiedenen Glockenböden der Kolonnen ermittelt; die Gleichgewichte zwischen den Ammoniak-Konzentrationen in Dampf und Flüssigkeit stellen sich sehr schnell ein, wobei die Gleichgewichtskurven nahe beieinander liegen; die Kolonnenleistungen lassen sich durch zweckmäßige Bauform und Betriebsführung leicht erhöhen.

Ein Verfahren der *Autoxygen Inc.*⁹⁰⁾ (*Kokatnuv, Planunga*) zur elektrolytischen Zerlegung von Salmiak-Lösungen in Ammoniak und Chlor ist in vorliegendem Zusammenhang deswegen bedeutungsvoll, weil bei ihm 75—90% des Salmiaks in gewünschtem Sinne gespalten werden, ohne daß Chlorstickstoff auftritt; unter Zusatz von Alkalichlorid wird bei 60—65° und einer Grenzkonzentration des Elektrolyten von 25—30% gearbeitet.

E. Ammoncarbonate.

Der *Bergwerksverband zur Verwertung von Schutzrechten der Kohlentechnik (Löpmann)*⁹¹⁾ erzielt grobkörniges, lagerbeständiges Ammonbicarbonat durch Einleiten von Kohlensäure in eine ammoniak-haltige Lösung, die an Ammoniak-Kohlensäure-Verbindungen gesättigt ist; je Liter Lösung werden stündlich 2,4—7,31 CO₂ absorbiert, wobei 8—24 g Bicarbonat zur Abscheidung gelangen. Die *I. G. Farbenindustrie A.-G. (Eissner)*⁹²⁾ arbeitet dabei in Kristallisationstürmen mit einer Beschickung aus Ammoniakwasser oder gesättigter Ammonbicarbonat-Lösung und leitet CO₂ sowie Ammoniak-Gas in der Weise ein, daß die sich abscheidenden Kristalle lange in der Schwebe bleiben. Die *Bayer. Stickstoffwerke A. G. (Franck, Freitag)* gibt bei Trennungen von Ammoniak und Kohlensäure bei Überschuß an ersterem auf alle Fälle noch so viel CO₂ zu, daß sich glatt Ammonbicarbonat ausscheiden kann⁹³⁾, oder sie behandelt mit wäßrigen Lösungen mehrbasischer Säuren bzw. ihrer Salze, die bei 70—80° alles Ammoniak abgeben und bei höherer Temperatur regeneriert werden⁹⁴⁾.

F. Ammonphosphate.

*Hofmann*⁹⁵⁾ berichtet über die stufenweise Gewinnung von technischem Mono- und Diammonphosphat. Die Phosphorsäure entstammte flotiertem Apatit und hatte eine

Dichte von 1,220—1,225. Sie wird bis pH 4,0—4,5 kontinuierlich mit Ammoniak umgesetzt (NH₃ zu H₂PO₄ = 0,24/0,26 : 1 bei etwa 100°). Die abfiltrierte Lösung wird auf einen P₂O₅-Gehalt von 32—35% konzentriert und läßt dann beim Abkühlen auf etwa 18° Kristalle von NH₄H₂PO₄ ausfallen. Die eingeeigte Restlösung wird mit Ammoniak gesättigt, bis ein pH-Wert von 8,0 erreicht ist (t = 80—85°) und sich (NH₄)₂HPO₄ gebildet hat. Die Trocknung des ersteren erfolgt bei 100—110°, die des letzteren bei 60—70°. Ein Patent der *Wintershall A.-G.*⁹⁶⁾ betrifft einen Mischdünger aus MgHPO₄, (NH₄)₂HPO₄ und Ammon-Salzen. *D'Asseev*⁹⁷⁾ verkettet die Aufschlüsse von Tonmineralien und Rohphosphat so miteinander, daß aus ersterem mit Schwefelsäure zunächst eine Aluminiumsulfat-Ablauge entsteht; diese liefert mit Magnesium- und Ammonbicarbonat-Lösung unter Abscheidung von Aluminium-Eisen-Niederschlägen ein Filtrat mit Magnesium- sowie Ammonsulfat, das nach Schwefelsäure-Zusätzen zum Behandeln von Rohphosphaten dient; die vom Gips abgetrennte Lösung wird durch Magnesiumbicarbonat und Ammoniak in Ammonium-Magnesium-Phosphat überführt. Die *Soc. Ind. et Financière de Lens*⁹⁸⁾ bedient sich kalter Monoammonphosphat-Lösung, um Ammoniak aus Dämpfen auszuwaschen; die Regenerierung erfolgt durch Erwärmen auf etwa 100° oder Einwirkenlassen von Schwefelsäure. Ein Patent von *Krapf*⁹⁹⁾ erstreckt sich auf einen Ammonphosphat-Ammonsulfat-Natriumnitrat-Chlorkalium-Kalialpeter-Mischdünger.

G. Sonstiges.

Auf die bereits im Wasserstoff-Bericht erwähnte Ammoniak-Spaltung weisen *Wischniewski*¹⁰⁰⁾ und *Gettig*¹⁰¹⁾ hin, indem sie besonders die Versorgung neuzeitlicher Schweißanlagen (auch elektrische mit einem Stundenbedarf von 11—24 m³) mit solchem Wasserstoff betonen. Im Röhrenspalter herrschen innen Temperaturen von 600°, im Außenringraum von 500—550°; nach erfolgtem Wärmeaustausch ist das Gas noch 30—40° heiß.

Die *Ind. Mij. voorhen Nouvy & Van der Lande*¹⁰²⁾ erzielt Chlorstickstoff für Sterilisation und Bleicherei durch Elektrolyse saurer Salmiak-Lösung unter Durchleiten eines Luftstromes. Das Verfahren von *Wessanen's Koninkl. Fabrieken N. V.*¹⁰³⁾ beruht auf Einleiten von Chlor und Inertgas in wäßrige Lösungen von Ammoniak bzw. Ammon-Salz bei gleichzeitiger Elektrolyse des Bades.

Die *I. G. Farbenindustrie A.-G. (Sütterlin)*¹⁰⁴⁾ stellt imido- und amido-sulfonsaures Ammonium durch Eindüsen von flüssigem Ammoniak in einen mit SO₃-Dämpfen gespeisten Großraum-Behälter her. Die *Färberei Ges. Flores & Co. vorm. Stolte-Missy (Waltmann)*¹⁰⁵⁾ aktiviert technisches Natriumazid unter Anteigen mit schwach alkalisch gemachtem Wasser und Extrahieren mit Aceton. Die *Du Pont de Nemours & Co. (Holt)*¹⁰⁶⁾ hat sich die Erzeugung von stickstoff-substituierten Alkalisulfamaten¹⁰⁷⁾ schützen lassen, bei denen 1—2 Wasserstoff-Atome der Amido-Gruppe durch Alkali ersetzt sind; 1 Mol. Alkalisulfamat wird dazu in flüssigem Ammoniak gelöst und mit überschüssigem Alkali-Metall behandelt. Die *American Cyanamide Co. (Jones)*¹⁰⁸⁾ überführt Alkalichlorsulfonat mittels flüssigen Ammoniaks in Ammonsulfamat; das ausgeschiedene Kochsalz wird abfiltriert. Salze des Hydroxylamins entstehen leicht nach einem Verfahren der *I. G. Farbenindustrie A.-G.*¹⁰⁹⁾; eine wäßrige Lösung mit 180—260 g Calciumnitrit im Liter wird mit Äquivalentmengen von festem CaO oder Ca(OH)₂ oder CaCO₃ versetzt; in die Aufschlammung wird bei 10° SO₃ eingeleitet; aus dem ausfallenden Calcium-Salz der Hydroxylaminsulfonsäure wird durch Hydrolyse die freie Säure abgespalten, die nunmehr in gewünschter Weise neutralisiert werden kann.

Eingeg. 23. Mai 1942. [35.]

⁸³⁾ Amer. Pat. 2219258 [1939].

⁸⁴⁾ Brit. Pat. 487834 [1936].

⁸⁵⁾ Amer. Pat. 2189083 [1937].

⁸⁶⁾ Z. chem. Ind. [russ.] 17, Nr. 4/5, 32 [1940]; C. 1940 II, 2521.

⁸⁷⁾ Amer. Pat. 2209681 [1937].

⁸⁸⁾ D. R. P. 668467 [1927] (Chem. Fabrik 12, 324 [1939]).

⁸⁹⁾ D. R. P. 670616 [1931] (Chem. Fabrik 13, 477 [1940]).

⁹⁰⁾ D. R. P. 700553 [1937].

⁹¹⁾ Z. chem. Ind. [russ.] 18, Nr. 2, 77 [1939]; C. 1939 II, 2456.

⁸⁴⁾ Amer. Pat. 2133513 [1936].

⁸⁵⁾ Amer. Pat. 2179183 [1936].

⁸⁶⁾ D. R. P. 699994 [1936].

⁸⁷⁾ D. R. P. 664070 [1936].

⁹⁰⁾ D. R. P. 669865 [1934].

⁹¹⁾ Franz. Pat. 832768 [1938]; Schwz. Pat. 206171 [1938].

⁹²⁾ Franz. Pat. 857242 [1939].

⁹³⁾ Autogene Ind. [russ.] 8, Nr. 12, 7 [1937]; C. 1939 I, 492.

⁹⁴⁾ Steel 106, Nr. 17, 58 [1940]; C. 1941 II, 1893.

⁹⁵⁾ Brit. Pat. 494186 [1937]; Holl. Pat. 504160 [1936].

⁹⁶⁾ Franz. Pat. 848006 [1938]; Brit. Pat. 522404 [1938].

⁹⁷⁾ D. R. P. 668142 [1937] (Chem. Fabrik 12, 227 [1939]).

⁹⁸⁾ D. R. P. 680749 [1937].

⁹⁹⁾ S. a. Rev. Prod. chim. Actual. sci. réün. 43, 61 [1940]; C. 1940 I, 3835.

¹⁰⁰⁾ Amer. Pat. 2188351 [1938].

¹⁰¹⁾ Amer. Pat. 2232241 [1939].

¹⁰²⁾ Belg. Pat. 435501 [1939]; Franz. Pat. 857213 [1939].

UMSCHAU

„SPART ENERGIE!“

Aufrufe und Mahnungen mit dieser Forderung haben wohl inzwischen jeden erreicht. Was aber kann besonders in Betrieben wie denjenigen der chemischen Industrie geschehen? Dazu wird uns von dem leitenden Mann eines großen chemischen Werkes folgendes mitgeteilt:

Zunächst einmal sind lange vor dem Kriege Einrichtungen für eine rationelle Wärme- und Kraftwirtschaft geschaffen worden. Stromerzeugung im Höchstdruckvorschalt- und Gegendruckbetrieb, Warmwasserverwertung, Gewährung von Heizprämien, laufende Messung des Energieverbrauchs, Zurückgewinnung des Verbrennlichen in der Schlacke in einer Schlackenseparation.

Zur Energieersparnis im Kriege wurden zusätzlich folgende Maßnahmen getroffen:

A. Heizung. Die Raumtemperaturen in den Büros, Laboratorien, Werkstätten und Betrieben werden laufend überwacht. Sie dürfen in den Büros nicht höher als 18° und in den Werkstätten nicht höher als 12° gehalten werden. Die Dampfheizungen werden stoßweise nach dem Heizplan unter Berücksichtigung der Außentemperatur und des Windanfalls betrieben, bei Warmwasserheizung wird die Vorlaufemperatur nach der Außentemperatur eingestellt. Größere Gebäude werden nach Heizgruppen unterteilt. Elektrische Heiz- und Kochgeräte wurden eingezogen.

B. Strom. 1. Während der Sperrzeiten wird ein Teil der Kältemaschinen unter Ausnutzung der Kältespeicherung in den Solebehältern stillgesetzt. 2. Die Filterspülungen im Mainwasserswerk werden auf die Zeit außerhalb der Sperrzeit verlegt, ebenso der Betrieb von Vakuumpumpen, Zentrifugen, Mühlen, Ventilatoren, Klima- und Förderanlagen, soweit eine Produktionseinschränkung damit nicht verbunden ist. Auf diese Weise ist während der Sperrzeit eine Entlastung bis zu rund 1700 kW erzielt worden.

C. Trink- und Gebrauchswasser. Zur Einsparung werden die Betriebe stichprobenweise kontrolliert, namentlich in bezug auf die Ablauftemperatur des Kühlwassers und den sparsamen Verbrauch von Trinkwasser in den Laboratorien. (144)

NEUE BÜCHER

Metallische elektrische Widerstandswerkstoffe. Von Alfred Schulze. (Beiträge zur Wirtschaft, Wissenschaft und Technik der Metalle und ihrer Legierungen, Heft 12.) 192 S. G. Lüttke, Berlin 1941. Pr. geh. RM. 12,—.

Vf. hat in seinem Buch erstmalig alle metallischen elektrischen Widerstandswerkstoffe sehr übersichtlich zusammengestellt. Nach einführenden Richtlinien über die Eignung eines Widerstandswerkstoffes, über die Lebensdauer — mit Besprechung von Prüfnormen und des Vorschlages zur Normung von Legierungen für Heizwiderstände — wird im zweiten Teil auf Widerstandswerkstoffe für technische Widerstände eingegangen. Dieser Teil ist untergliedert in Kupfer-, Silber-, Chrom-Nickel-, Chrom-Eisen-Legierungen und besondere Werkstoffe für hochohmige Widerstände. Es werden alle die Werkstoffe behandelt, die für technische Widerstände (Vorschalt- und Regelwiderstand) und als Heizleiter in Frage kommen, geordnet nach metallkundlichen Gesichtspunkten und besprochen nach physikalischen, technischen und teilweise auch chemischen Eigenschaften. Auf diese Weise kann man sich den geeigneten Widerstandswerkstoff für einen bestimmten Zweck aussuchen.

Abschnitt 3 behandelt Widerstandswerkstoffe für Präzisionswiderstände, und zwar im wesentlichen Kupfer-Mangan-, Gold-Chrom- und Silber-Mangan-Legierungen sowie Quecksilber-Widerstände. Es wird auch gleichzeitig auf die Bestimmungen der Physikalisch-Technischen Reichsanstalt hingewiesen, die für beabugungsfähige Normalwiderstände erlassen wurden. Abschließend werden dann noch Werkstoffe für Widerstandsthermometer und -manometer behandelt. Ein lückenloses Schrifttumverzeichnis und ein Sachregister beschließen das sehr brauchbare Buch. H. Lotz. [137.]

Die technische Tonerdegewinnung aus Aluminiumsilicaten auf saurem Wege. Von H. Ginsberg. (Aluminium-Archiv Bd. 39.) 16 S., 10 Abb. Aluminium-Zentrale, Berlin 1941. Pr. br. RM. 3,—.

Die vorliegende Schrift gibt eine kurze Übersicht über die bisher technisch durchgearbeiteten Verfahren zu dem wichtigen Problem der Gewinnung von Tonerde aus Ton. Die bedeutsamsten Aufschlußverfahren werden eingehender behandelt, wie das Aloton-Verfahren mit Ammonbisulfat, das Griesheim-Elektron-Verfahren mit Salzsäure, das Nuvalon-Verfahren mit Salpetersäure und be-

sonders das ST-Verfahren mit schwefliger Säure, das als erstes bereits in einer großtechnischen Produktionsanlage zur Anwendung kommt. Die genaue Sachkenntnis des Verfassers zeigt sich in der knappen, aber übersichtlichen Darstellung, die dem allgemein interessierten Chemiker einen guten Einblick in die technologischen Verhältnisse gibt und, was besonders zu danken ist, eine Reihe interessanter wissenschaftlicher Probleme aufzeigt, die der Bearbeitung wert sind. Der Leser wird vielleicht nur bedauern, daß nicht auch die aussichtsreichen alkalischen Aufschlußverfahren behandelt werden. Eine Ausfüllung dieser Lücke durch eine zweite Schrift ähnlichen Charakters würde sicher freudig begrüßt werden. U. Hofmann. [139.]

Jahresbericht 1941 über Holzschutz gegen Holzpilze, tierische Schädlinge und Feuer. Von W. Kinberg. 66 S. Fritzes Hofbuchhandel, Stockholm 1941. Pr. geh. RM. 10,50.

Die Holzschutz-Jahresberichte des Verfassers stellen von jeher eine wertvolle Hilfe für die Bearbeitung des Holzschutzschrifttums dar. In dem neuesten Jahresbericht (1941) sind 190 Veröffentlichungen besprochen und in ihrem wesentlichen Inhalt wiedergegeben. Auch dieser Bericht kann wie die bisherigen als recht nützliche Hilfe zur Information über die wichtigsten zuletzt erschienenen Arbeiten auf dem Gebiete des Holz- und Feuer-schutzes empfohlen werden. Die Tatsache, daß durch das Ausbleiben der meisten überseeischen Zeitschriften ein Teil des außer-europäischen Schrifttums nicht berücksichtigt werden konnte, stellt keinen wesentlichen Nachteil dar. Das recht sorgfältig bearbeitete Sach- und Autoren-Verzeichnis erleichtert das Zurechtfinden. Der praktische Wert dieser Berichte könnte noch erheblich erhöht werden, wenn der Herausgeber Arbeiten des schwerer zugänglichen Schrifttums etwas eingehender bespräche und wichtiges Zahlenmaterial, wie dies z. T. bereits geschehen ist, ausführlicher wiedergäbe. Ramstetter. [135.]

Kurzes Handbuch der Brennstoff- und Feuerungstechnik. Von W. Gumz. 447 S., 150 Abb., 69 Zahlentafeln. Springer-Verlag, Berlin 1942. Pr. geh. RM. 18,—, geb. RM. 19,50.

Der als Herausgeber der Zeitschrift „Feuerungstechnik“ in Fachkreisen durch zahlreiche Veröffentlichungen bekannte Verfasser legt ein „kurzes Handbuch der Brennstoff- und Feuerungstechnik“ vor, welches von dem vorhandenen Schrifttum auf diesem Gebiete dadurch abweicht, daß es die physikalische Seite der Verbrennungs- und Vergasungsvorgänge — ihrer Bedeutung entsprechend — stärker hervortreten läßt.

Der Inhalt gliedert sich in 3 Hauptabschnitte: Besprechung der Brennstoffe, Statik und Dynamik der Verbrennung und Vergasung. Vorausgeschickt werden einige Kapitel, die sich mit den Gasgesetzen, der Wärmelehre, Reaktionskinetik und Mechanik gasförmiger Körper beschäftigen. Der Abschnitt Brennstoffe nimmt von dem Gesamttraum 105 Seiten ein und behandelt die Zusammensetzung und Eigenschaften der festen, flüssigen und gasförmigen Brennstoffe sowie ihre Veredlungsverfahren in gedrängter Form bis in die neueste Entwicklungszeit. Die Verbrennungsrechnung, die für den Wärmetechniker besonders bedeutungsvoll ist, wird in einem Sonderkapitel nach allen Richtungen hin eingehend erörtert. Durch vielfache in den Text eingefügte Zahlenbeispiele und durch zahlreiche graphische Darstellungen erhält der Praktiker wertvolle Hinweise und Aufklärungen. Den Grundgesetzen der Wärmeübertragung wird nur eine kurz gehaltene Übersicht gewidmet und im übrigen auf das Schrifttum der letzten Jahre verwiesen. Im Schlußkapitel „Verbrennungs- und Vergasungsvorgänge“ (133 Seiten) werden diese Vorgänge in ihrem räumlichen und zeitlichen Ablauf allgemein wie auch in ihren Unterschieden bei den einzelnen Feuerungsbauarten betrachtet. Auf die apparative Beschreibung von Feuerungen, Gaserzeugern usw. ist verzichtet worden.

Das Buch ist interessant zu lesen, da es eine starke persönliche Note des Verfassers trägt. Es gibt nicht nur Antwort auf die vielen Fragen der Praxis, sondern vermittelt darüber hinaus manche fortschrittliche Anregung. Auf einige kleine Unstimmigkeiten, die bei der Durchsicht des Werkes auffielen, sei noch hingewiesen¹⁾.

Hervorzuheben ist noch die vorzügliche Ausstattung des Buches und die saubere Wiedergabe der mit großer Sorgfalt gezeichneten Abbildungen. H. Hoffmann. [141.]

¹⁾ S. 44: Bei der Beschreibung des „disponiblen Wasserstoffs“ wird der falsche Eindruck erweckt, als sei der gesamte Sauerstoff mit Wasserstoff als H₂O gebunden und der restliche Wasserstoff frei. In Wirklichkeit handelt es sich bei dem sog. „disponiblen Wasserstoff“ um eine rein rechnerische Maßnahme, die annimmt, daß bei der Verbrennung eines Wasserstoff und Sauerstoff enthaltenden Brennstoffs der Gesamtsauerstoff mit Wasserstoff unter Wasserbildung zusammentritt. Der hierbei nicht verbrauchte Wasserstoff benötigt Luft zur Verbrennung und wird als „disponibler Wasserstoff“ bezeichnet.

S. 82: Die Zündtemperaturen in Sauerstoff liegen stets niedriger als in Luft. In der Tabelle 12, Abschnitt c, sind daher die Überschriften bei den Kolonnen in Luft und Sauerstoff gegeneinander zu vertauschen.

S. 113: Als optimale Gassammelraumtemperatur wird zur Erzielung bester Ausbeuten, besonders an Benzol, 850° genannt. Nach neueren Erkenntnissen ist hierfür 750° zu setzen.

PATENTE

Alle Patente, welche nicht die chemische Apparatur und den chemischen Betrieb, sondern rein chemische Verfahren betreffen, sind im Chemischen Zentralblatt referiert.

1. Allgemeine chemische Technologie

D. Arbeitsgänge (Spezialapparaturen s. Kl. II bis XXV)

8. Gas-Behandlung, -Entwicklung, -Absorption, -Reinigung, -Kompression, -Verflüssigung

Ventilatorähnlicher Abscheider mit axialem Eintritt der Rohgase und tangentialem Austritt der gereinigten Gase, bei dem die Ventilatorflügel mit taschenartigen Leitflächen versehen sind, an denen die ausgeschiedenen Schwebstoffe entlang durch schlitzartige, an der Peripherie des Flügelrades befindliche Öffnungen in eine Staubsammelkammer geführt werden, dad. gek., daß die Leitflächen des Läufers zu tütenartigen, einzelne Trennkanäle bildenden und an der Gaseintrittsseite mit radial verlaufenden Schlitzen versehenen Kegeln geformt sind, die mit ihrer Spitze nach der Drehachse des Läufers hinweisen und gegen diese geneigt sind, während die an der Peripherie des Läufers durch eine mit Austrittsöffnungen für das gereinigte Gas versehene Wand derart abgedeckt sind, daß letztere mit dem Außenrand des Läufers Spalte für den Durchtritt der ausgeschiedenen Schwebstoffe bildet. — Dadurch werden sowohl gröbere Teilchen, welche der Fliehkraft unterliegen, als auch sehr feine Teilchen, die nicht durch Schleudern entfernt werden können, sondern dazu neigen, sich in den Gasen schwebend zu erhalten, auf trockenem Wege abgeschieden. Zeichn. T. B. Loftheim, Oslo. (D. R. P. 721539, Kl. 12e, Gr. 2₀₁, vom 9. 11. 1938, ausg. 9. 6. 1942.) Rr.

12. Klären, Filtrieren, Zentrifugieren

Übernahmewalze für den Filterkuchen von Drehfiltern.

Aus einzelnen nebeneinander angeordneten starren Ringen bestehende nachgiebige, mit einer Abnahmevorrichtung zusammenarbeitende und dauernd mit einer Kuchenabnahmeschicht bedeckte —, die auf einer nicht klebenden, z. B. dampfbeheizten Stützwalze und auf der Filterfläche abrollt, dad. gek., daß zwischen den starren Ringen als Zwischenlagen elastische Ringe vorgesehen sind und der aus diesen Ringen zusammengesetzte Walzenkörper durch eine Verankerung zusammengehalten wird. — Da hierdurch ein Reiben der Ringe aneinander unmöglich ist, können die einzelnen Ringe bei dieser Bauart so schmal gehalten werden, daß die ganze Walze biegsam ist und sich auch kleinen, örtlich begrenzten Unebenheiten der Filterfläche anschmiegt. Weiterer Anspr. u. Zeichn. J. Wiebe, Dortmund. (D. R. P. 719058, Kl. 12d, Gr. 15₀₉, vom 8. 7. 1937, ausg. 27. 3. 1942.) Rr.

Filterplatte zum Reinigen von Luft, deren Filterfläche aus einem Drahtnetz besteht, dad. gek., daß auf der Reinflußseite der Filterplatte eine am Drahtnetz anliegende federnde, z. B. aus wellenförmigen, nebeneinanderliegenden Bändern bestehende Stützmatte angeordnet ist, die beim Anstoßen der Filterplatte gegen das Drahtnetz schlägt. — Dadurch wird der auf dem Drahtnetz abgelagerte Staub abgeschüttelt und fällt durch eine darunter befindliche Öffnung in einen Staubsammelraum. Die Maschenweite des Drahtnetzes richtet sich im allgemeinen nach der Faserlänge des Staubes. Sie kann auch so eng gewählt sein, daß eine Flamme von der Rohluftseite nicht durchschlagen kann, womit eine Explosionssicherheit der Filteranlage erreicht wird. Zeichn. Dr.-Ing. W. Rehfus, Stuttgart. (D. R. P. 719188, Kl. 12e, Gr. 2₀₁, vom 18. 10. 1939, ausg. 1. 4. 1942.) Rr.

Klärvorrichtung für Flüssigkeiten mit fein verteilten Feststoffen, z. B. Schwefelteilchen, bestehend aus mehreren hintereinander angeordneten Absetzkammern und einem an die letzte Absetzkammer angeschlossenen rückspülbaren Filter nach Patent 709813¹⁾, dad. gek., daß im Scheitelpunkt des heberartig ausgebildeten Filtratabführrohres der eine Schenkel eines engen, U-förmig gebogenen Rohres angeschlossen ist, während der andere Schenkel mit seiner Ausflußöffnung in die Vorkammer der Filterkammer bis zu der dem abzusenkenden Flüssigkeitsspiegel in der Filterkammer entsprechenden Tiefe mündet. — Durch diese Anordnung erübrigt sich eine ständige Beobachtung des Betriebes. Zeichn. Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G., Wuppertal-Elberfeld. (Erfinder: Dipl.-Ing. A. Maxton, Heinsberg, Rheinl.) (D. R. P. 719295, Kl. 12d, Gr. 1₀₁, vom 3. 12. 1939, ausg. 4. 4. 1942.) Rr.

Austragvorrichtung für Drehzellendruckfilter, die aus zwei abwechselnd mit Filterkuchen gespeisten, schleusenartig arbeitenden Kammern besteht, denen der mittels einer Förderschnecke aus der Filtertrommel ausgetragene Filterkuchen zugeführt wird, dad. gek., daß oberhalb der gasdicht in einem geschlossenen Kapselgehäuse parallel zueinander gelagerten, als drehbare Kammern dienenden, hohlen, abwechselnd beschickten

und mit ortsfesten Ausräumern versehenen Austragtrommeln zwei schwenkbare, eine Sammelmulde bildende, den Austragtrommeln den Kuchen zuführende Schalen angeordnet sind, die in Abhängigkeit von den Austragtrommeln mittels einer Schubstange derart gesteuert werden, daß sich eine der Muldenschalen jeweils nach der Seite öffnet, wo die Aufgabeöffnung einer der beiden Austragtrommeln frei ist. — Dadurch wird ein fortlaufender Austrag des Filterkuchens ohne Druckluftverlust und ohne Verschmutzung der Dichtungsflächen ermöglicht. 2 weitere Anspr. u. Zeichn. J. Ehm, Magdeburg. (D. R. P. 721534, Kl. 12d, Gr. 16₀₉, vom 16. 5. 1939, ausg. 8. 6. 1942.) Rr.

IV. Wasser und Abwasser

Einlaufvorrichtung für das zu reinigende Wasser in Kläranlagen, bei welcher die Wasserzuführung zum Klärbecken durch eine entweder mit der gesamten Länge oder mit Wasserausflußeinrichtungen in den Klärbeckeninhalt eintauchende Querrinne erfolgt, deren Ausflußöffnungen entgegen der Strömungsrichtung des abfließenden Wassers münden, dad. gek., daß anschließend an eine gegabelte, nach Bedarf in verschiedenen Durchflußrichtungen absperrbare Zulauftrinne angeordnete Querverteilungen, die in den Wasserspiegel eintauchen oder über dem Wasserspiegel angeordnet sind, um ihre Längsachse hochschwenkbar oder, sofern die Querrinnen feststehend über dem Wasserspiegel angeordnet sind, mit beweglichen, aus dem Wasser heraushebbaren Ausflußrohren versehen sind. — Dadurch ist zwischen dem einen Ende des Klärbeckens und der jeweils beschickten Querrinne eine Wasseroberfläche vorhanden, auf welcher die Schwimstoffe zurückgehalten werden, während die übrige Wasseroberfläche in der Kläranlage in ihrer Strömungsbewegung durch die zweite Querrinne oder deren Wasserausflußeinrichtungen nicht gestört wird, weil durch das Ausheben der jeweils nicht beschickten Einrichtung Wirbelbildungen vermieden werden. 3 weitere Anspr. u. Zeichn. Süddeutsche Abwasser-Reinigungsgesellschaft m. b. H., Ulm a. d. Donau. (D. R. P. 723114, Kl. 85c, Gr. 6₀₇, vom 3. 8. 1935, ausg. 29. 7. 1942.) Rr.

V. Anorganische Industrie

Bromide aus bromhaltigen Salzlösungen. Verfahren zur Herstellung von —, gek. durch die Vereinigung folgender Maßnahmen: 1. Schwach saure oder neutrale Rohlaugen werden der Chlorierung unterworfen. 2. Der durch Durchblasen von Luft durch die vorteilhaft in horizontalen Rinnen über Belüfterkästen fließende chlorierte Lauge erhaltene Gasstrom wird bei Temperaturen bis zu etwa 30° in Wäschern mittels Abfallbromsalzlaugen von höchstens 200 g/l Bromsalz vom Chlor befreit. 3. Die Bromabsorption erfolgt durch alkalische Absorptionsmittel unter Zugabe von annähernd so viel Ammoniak, wie der Hypobromitmenge entspricht, die ohne Reduktion entstehen würde. — Man gelangt so unmittelbar zu reinen Bromidlösungen, die zur Verarbeitung auf festes Salz nur eingedampft zu werden brauchen. Deutsche Solvay-Werke A.-G. Zweigniederlassung Alkaliwerke Westeregeln, Westeregeln, Bez. Magdeburg. (Erfinder: Dr.-Ing. H. Ramstetter, Westeregeln, Bez. Magdeburg, Dr.-Ing. F. Gewecke, Bergheim, Erf., und Dr.-Ing. P. Schächterle, Empelde über Hannover.) (D. R. P. 722259, Kl. 12i, Gr. 9, vom 26. 1. 1938, ausg. 7. 7. 1942.) Rr.

Anreicherung von verdünnten, wäßrigen Halogenwasserstoffsäuren. Verfahren zur —, insbesondere der bei der Holzverzuckerung anfallenden Salzsäure, mit Hilfe von Calciumchloridlauge als Trockenmittel, dad. gek., daß die Säure ganz oder teilweise verdampft und im Gegenstrom zu der Calciumchloridlauge geführt wird, worauf anschließend aus der mit Wasser angereicherten Calciumchloridlauge das Wasser abgedampft wird. — Dadurch wird erreicht, daß die vom Wasser befreite Säure keine oder doch nur ganz geringe Mengen an Wasser enthält und daß das Chlorcalcium lediglich das Wasser und nicht Teile der Säure aufnimmt, so daß größere Verluste an Säure vermieden werden. 6 weitere Anspr. u. Zeichn. Julius Pintsch Kom.-Ges., Berlin. (Erfinder: Dr.-Ing. C. Gerdes, Berlin-Lankwitz, und Dr. G. Hammann, Berlin-Halensee.) (D. R. P. 722460, Kl. 12i, Gr. 5, vom 1. 7. 1939, ausg. 10. 7. 1942.) Rr.

VI. Glas, Keramik, Zement, Baustoffe

Schlacken- und Mineralwolle. Vorrichtung zur Herstellung von —, bei welcher die flüssige Schlacke in den Strahl einer U-förmigen Blasdüse niederfällt und dort zerstäubt wird, dad. gek., daß die Düse aus zwei sich entgegengesetzt der Einfallrichtung des Rohstoffes öffnenden, die Auffallfläche in ihrer unteren Fortsetzung durch Einzelmulden vergrößernden Strahlungsschenkeln besteht. — Dadurch wird der U-förmige Dampf- oder Preßluftstrahl in seiner Krümmung durch eine Anzahl von Kreisringquerschnitten unterteilt, wodurch eine Verblasung des Rohstoffstrahls ohne Hinterlassen von Rückständen erfolgt. Zeichn. F. Muthmann, Blumberg, Baden. (D. R. P. 722886, Kl. 80b, Gr. 5₀₇, vom 8. 4. 1941, ausg. 23. 7. 1942.) Rr.

¹⁾ Vgl. diese Ztschr. 14, 424 [1941]; 15, 139 [1942].

IX. a) Organische Verbindungen

Keten. Verfahren zur Darstellung von — durch Erhitzen von Essigsäure auf 400–800° unter verringertem Druck oder unter Verdünnung mit indifferenten Gasen und nachfolgende schnelle Abtrennung des hierbei gebildeten Ketens von den übrigen Reaktionsprodukten, dad. gek., daß die Kettenbildung in Gegenwart von essigsäureanhydridbildenden Katalysatoren, insbesondere von Phosphaten, durchgeführt wird. — Dabei werden die Reaktionsdämpfe rasch durch eine Flüssigkeit geleitet, die das Keten nicht oder nur wenig löst, wie Wasser, oder man geht von vornherein von verdünnter Essigsäure aus. 4 weitere Anspr. **Consortium für elektrochemische Industrie G. m. b. H.**, München. (Erfinder: Dr. J. Sixt und Dr. M. Mugdan, München.) (D. R. P. 687065, Kl. 12o, Gr. 19₀₃, vom 17. 9. 1933, ausg. 22. 1. 1940.) Rr.

Essigsäureanhydrid durch Umsetzung von Keten mit Essigsäure. Verfahren zur Herstellung von —, dad. gek., daß in weiterer Ausbildung des Verfahrens gemäß Patent 687065²⁾ aus dem von der Hauptmenge des gebildeten Ketens befreiten Umsetzungsgemisch dieses Verfahrens durch fraktionierte Destillation bei vermindertem Druck der Hauptanteil des Wassers mit einem Teil der Essigsäure entfernt und der Rest, nötigenfalls unter Zusatz wasserfreier Essigsäure, mit dem Keten, ebenfalls bei Unterdruck, umgesetzt wird. — Dabei kann das Wasser mit geringerem Aufwand an Fraktionierwärme von der Essigsäure getrennt werden, weil es in dem Kondensat des Spaltproduktes in größerer Konzentration vorliegt. Da die Verluste durch Zersetzung besonders gering sind, war die Anwendung hoher Temperaturen und damit die Erzielung einer hohen Anhydridausbeute möglich. Zeichn. **Consortium für elektrochemische Industrie G. m. b. H.**, München. (D. R. P. 719942, Kl. 12o, Gr. 12, vom 17. 1. 1935, ausg. 20. 4. 1942.) Rr.

Furfurol. Verfahren zur Herstellung von — aus pentosanhaltigen Stoffen, bei dem der Rohstoff in einer ersten Stufe mittels einer sauren Lösung bei solcher Temperatur ausgelaugt wird, daß die Pentosane hauptsächlich in Pentosen umgewandelt werden, wonach die von den festen Rückständen abgetrennte saure Pentosenlösung in einer zweiten Stufe durch Erhitzen in Furfurol übergeführt wird, worauf das letztere schnell aus dem Reaktionsgemisch entfernt wird, dad. gek., daß diese Erhitzung in einem Behälter stattfindet, aus dem nur der gebildete furfurolhaltige Dampf fortlaufend zur weiteren Rektifizierung abgeleitet wird, während aus der ersten Stufe kommende Pentosenlösung dem Behälter kontinuierlich zugeführt und gleichzeitig eine der zugeführten Lösungsmenge entsprechende Menge behandelter Lösung fortlaufend aus dem Behälter abgeleitet wird. — Dadurch ist es erstmalig möglich, diesen Prozeß kontinuierlich in technisch befriedigender Weise auszuführen. 5 weitere Anspr. u. Zeichn. **Henkel & Cie, G. m. b. H.**, Düsseldorf. (Erfinder: Dr. B. S. Groth, Stockholm.) (D. R. P. 719704, Kl. 12q, Gr. 24, vom 12. 9. 1936, Prior. Schwed. 20. 6. 1936, ausg. 15. 4. 1942.) Rr.

Konzentrierte Essigsäure. Verfahren zur Herstellung — aus ihren wäßrigen Lösungen durch Extraktion derselben mit organischen Lösungsmitteln für Essigsäure, wie Äthylacetat, Entwässern des Extraktes mit Hilfe von Salzen und anschließende Destillation des entwässerten Extraktes, dad. gek., daß man zur Entwässerung des Extraktes angemessen konzentrierte, wäßrige Lösungen von solchen in Essigsäure und dem verwendeten Extraktionsmittel unlöslichen Salzen verwendet, die, wie Natriumchlorid, in Form ihrer konzentrierten wäßrigen Lösungen, ohne daß diese Lösungen hygroskopische Eigenschaften zeigen, imstande sind, aus den wasserhaltigen Extrakten Wasser aufzunehmen, wobei diese wäßrigen Lösungen mit einem dem Extrakt äquivalenten Säuregehalt angewendet werden. — Bei gleicher Löslichkeit ist demjenigen Salz der Vorzug zu geben, welches den größeren osmotischen Druck erzeugt. Die Konzentration der Salzlösungen braucht nicht bei der Sättigungsgrenze zu liegen, sondern kann gegebenenfalls wesentlich unter derselben bleiben. Zeichn. **Dr. C. Grunert**, Mainz-Gonsenheim. (D. R. P. 720014, Kl. 12o, Gr. 12, vom 21. 5. 1940, ausg. 22. 4. 1942.) Rr.

Reinigung von synthetischem Methanol. Verfahren zur — in Anwesenheit geringer Mengen Chromsäure als Oxydationsmittel, dad. gek., daß man das Methanol in einer Kolonne destilliert und dieser, zweckmäßig etwa in der Mitte, wäßrige Chromsäurelösung in solcher Menge zuführt, daß das am unteren Ende der Kolonne abfließende Wasser schwach sauer bis nahezu neutral ist. — Da Chromsäure auf Eisen passivierend wirkt, kann das Verfahren in beliebigen Eisengefäßen vorgenommen werden, ohne daß diese angegriffen werden. Die Oxydationswirkung der Chromsäure beschränkt sich auf die Verunreinigungen, eine schädliche weitere Oxydation, z. B. zu Formaldehyd oder CO₂, tritt in nachweisbarem Maße nicht ein. **I. G. Farbenindustrie A.-G.**, Frankfurt a. M. (Erfinder: Dr. J. Giesen, Dr. H. Hanisch und Dr. P. H. Gericke, Leuna, Kr. Merseburg.) (D. R. P. 720733, Kl. 12o, Gr. 5₀₁, vom 11. 9. 1937, ausg. 15. 5. 1942.) Rr.

b) Pharmazeutische Präparate, Desinfektion und Sterilisation

Bestimmen des Hämoglobingehaltes des Blutes. Verfahren zum —, bei dem die Blutprobe ohne merkbare Verdünnung in eine capillare Beobachtungskammer gebracht wird und mit einer oder mehreren Farben verglichen wird, dad. gek., daß die unverdünnte Blutprobe mit einem geeigneten Medium, beispielsweise Saponin, hämolysiert, in eine keilförmige Beobachtungskammer gebracht und mit einem nach Farbe und Intensität abgestuften Normal verglichen wird. — Dadurch erhält man geradezu einen natürlichen Blutfarbenkeil mit allen Farb- und Intensitätsabstufungen, so daß die Vergleichsfarbe auf wenige einzelne nach Farbe und Intensität abgestimmte Stücke beschränkt werden kann, die gewissermaßen nur die Meßbereiche bestimmen. Außerdem werden Verdunstungsschwierigkeiten vermieden. Zeichn. **M. Philipsen**, Vedbaek, Dänemark. (D. R. P. 718400, Kl. 42h, Gr. 18₀₁, vom 18. 10. 1935, Prior. Dänemark 28. 1. 1935, ausg. 11. 3. 1942.) Rr.

XIV. Zucker, Kohlenhydrate, Stärke

Mehrkörperverdampfanlage in Zuckerfabriken, dad. gek., daß Maschinenabdampf als Triebdampf für die an sich bekannte Brüdenrücknahme im ersten Körper benutzt wird. — Durch die Energieausnutzung des Maschinenabdampfes ist es möglich, z. B. mit 1 kg Abdampf von 135° (2,2 at) etwa 0,3 kg Brüden von 123° (1,2 at) auf 130° (1,75 at) zu verdichten, was auf die dem ersten Körper zugeführte Abdampfmenge eine verhältnismäßig große verdichtete Brüdenmenge für die Ausnutzung zur Wasserverdampfung ergibt. Zeichn. **Maschinenfabrik Buckau R. Wolf A.-G.**, Magdeburg. (Erfinder: M. Stuntz, Magdeburg.) (D. R. P. 721122, Kl. 89d, Gr. 1, vom 23. 10. 1938, ausg. 28. 5. 1942.) Rr.

XIX. Brennstoffe, Teerdestillation, Beleuchtung, Heizung

Schwelen von blähenden Brennstoffen. Einrichtung zum — durch mittelbare Beheizung nach Patent 648980³⁾, dad. gek., daß nur die eine Seitenwand jeder Schwelkammer beweglich ausgebildet und unter Aufrechterhaltung der Beweglichkeit mit einem während des Schwelvorganges gleichbleibenden Druck gegen die Füllung der Schwelkammer anpreßbar ist. — Beim Steigen bzw. Absinken des Druckes in der Kammer während des Schwelvorganges folgt die Wand der Bewegung der Kammerfüllung, die ständig dem gleichen Druck unterworfen bleibt. Die feststehende Wand wird aus starkem Eisen oder Steinmaterial hergestellt; die bewegliche Wand wird ebenfalls aus starkem Material ausgeführt, so daß sie allen Wärmebeanspruchungen standhalten kann. 2 weitere Anspr. u. Zeichn. **Julius Pintsch Kom.-Ges.**, Berlin. (Erfinder: Dr. H. Rosenthal, Berlin.) (D. R. P. 718228, Kl. 10a, Gr. 35, vom 28. 11. 1936, ausg. 6. 3. 1942.) Rr.

Umsetzung von Oxyden des Kohlenstoffs mit Wasserstoff zu Kohlenwasserstoffen oder sauerstoffhaltigen Verbindungen. Verfahren zur —, dad. gek., daß man als Katalysatoren von einem Heiz- bzw. Kühlmittel durchflossene Apparaturteile benutzt, die aus Eisen oder Eisenlegierungen bestehen und an der mit den reagierenden Gasen in Berührung kommenden Oberfläche, gegebenenfalls unter Zusatz von Aktivatoren, geätzt sind. — Die Ätzung kann durch Säuren, Basen, Gase, Dämpfe, geschmolzene Stoffe oder elektrolytisch erfolgen. Den zur Ätzung dienenden Säuren können Aktivatoren, z. B. Verbindungen von Uran, Alkalimetallen, Kupfer, Silber, Magnesium, Quecksilber, Mangan oder Chrom, insbesondere Uranylнитrat, Kupfernitrat, Magnesiumnitrat oder Kaliumnitrat zugesetzt werden. 3 weitere Anspr. **I. G. Farbenindustrie A.-G.**, Frankfurt a. M. (Erfinder: Dr. E. Linckh und Dr. F. Winkler, Ludwigshafen a. Rh.) (D. R. P. 721359, Kl. 12o, Gr. 1₀₃, vom 10. 4. 1935, ausg. 2. 6. 1942.) Rr.

Wassergas. Vorrichtung zum Herstellen von für Synthesezwecke geeignetem — (Synthesegas) aus Braunkohle und verwandten Brennstoffen, insbesondere Braunkohlenbriketts, durch Hochtemperaturentgasung und unmittelbar anschließende Vergasung des entgasten Brennstoffs, wobei die im Oberteil der Kammer entbundenen Gase und Dämpfe im Gleichstrom mit dem Brennstoff nach unten wandern, dad. gek., daß der Hochtemperaturentgasungsteil in einzelne schmale, von außen beheizte Kammern aufgeteilt ist und der untere Vergasungsteil einen einzigen Raum bildet, der den zu vergasenden Koks aufnimmt und durch ein hochüberhitztes Gemisch von Hochtemperaturentgasungsgas mit Wasserdampf, gegebenenfalls unter Zusatz von Wassergas, innenbeheizt wird. — Dadurch wird eine gleichmäßige, regelbare und beliebig steuerbare Außenbeheizung aller Kammerwände ermöglicht, und man erhält einen außergewöhnlich harten Koks. Weiterer Anspr. u. Zeichn. **Braunkohlen- und Brikett-Industrie-A.-G.** — **Bubiag**, Berlin-Charlottenburg. (D. R. P. 721603, Kl. 26a, Gr. 5, vom 26. 7. 1935, ausg. 11. 6. 1942.) Rr.

²⁾ Vgl. vorstehendes Patent.

³⁾ Vgl. diese Ztschr. 10, 388 [1939].

GEPLANTES UND BESCHLOSSENES

Innerhalb der Fachorganisation für die Hüttenindustrie in Frankreich wurden zwei Hauptgruppen, für Metallerzeugung und -verarbeitung, geschaffen. (4344)

Zur Herstellung von synthetischen Treibstoffen in Frankreich sollen eine oder mehrere Fabriken errichtet werden von der zu diesem Zweck gegründeten Gesellschaft Cie. Centrale d'Hydrogénation et de Synthèse. (4299)

Bei dem französischen Chemiekonzern Ugine wurde 1941 u. a. eine zentrale Auswertungsstelle für alle Patente geschaffen. (4356)

Die Flachsbaupflanze in Holland betrug 1938 21 000 ha, 1939 25 000 ha und soll stark erweitert werden. Insbes. soll der Zuider-See-Polder bebaut werden, der sich dafür sehr gut eignen soll. Während der rohe Flachs früher fast restlos ausgeführt wurde, will man ihn in Zukunft im Lande verarbeiten¹⁾. (4317)

Zur Herstellung von Kunstharzen und Firnissen in Großbritannien sowie von Anstrichfarben wurde die Celanese Plastics Development Ltd. in London gegründet. (4367)

Den Bau einer Bleichanlage für Sulfit- und Sulfatcellulose in Norwegen beabsichtigt die Korsnäs Sägverks A.-B., deren Kapazität über 100 000 t Cellulose beträgt (davon 63 000 t Sulfitcellulose). (4276)

Zur Herstellung von Harz aus Pech in Finnland beschloss die führenden Firmen der Papierindustrie, die Phkatuote O. Y. (Harzenerungs-A.-G.) zu gründen. (4414)

Neugründungen in der chemischen Industrie Finnlands sind die O. Y. Viktoria AB. Kemiska Industri in Helsinki für Herstellung und Ausfuhr von und Handel mit chemischen Erzeugnissen, die Puriste O. Y. für Herstellung und Verkauf von Holzkohle und Nebenprodukten und die Turveteollisuus O. Y. in Vihti für Torfveredelung. (4401)

Die Gründung einer ersten kroatischen Kupfervitriolfabrik ist geplant. Die Weinernte, die rd. 2 Mio. hl jährlich liefert, ist oft vom Kupfervitriol abhängig. (4314)

Zur Erzeugung von Papier und Dachpappe in Kroatien wurde die Papier A.-G. in Agram gegründet. (4374)

Eine neue Flachs- und Hanffabrik in Kroatien unter dem Namen Cotonin-, Hanf- und Flachsfabrik Selva Gabor Pfeiffer & Co. wurde in Esseg gegründet. (4375)

Ein Anbauplan für Brotgetreide und Industriepflanzen in Kroatien wurde aufgestellt, wonach alle Eigentümer, Besitzer oder Pächter mit mehr als 50 Katastraljoch (1 K.-Joch = 0,4316 ha) verpflichtet sind, mindestens die Hälfte des Bodens mit Brotgetreide einschließlich Mais zu bebauen, während höchstens ein Viertel der Anbaufläche für Industriepflanzen freigegeben werden kann. (4416)

Die Erzeugung von Citronensäure in Italien soll durch Zuschüsse des Staates zum Ankauf von Zitronen, die dann weiterverarbeitet werden, erhöht werden. Die Kalkcitrat-Erzeuger müssen die erzeugten Mengen monatlich zweimal anmelden und sie dann den Citronensäure-Fabriken zuleiten. (4359)

Die Einweihung einer Zuckerrabrik in Italien, deren Bau vor zwei Jahren vom Duce beschlossen wurde, fand durch den Parteisekretär in Jesi statt. (4408)

Ein Industrieviertel in Rom soll geschaffen werden; 198 Betriebe haben bereits Anträge zur Übersiedlung in dieses Viertel gestellt. (4388)

¹⁾ Vgl. diese Ztschr. 13, 422 [1940].

AUS DER CHEMISCHEN INDUSTRIE UND VERWANDTEN GEBIETEN

Die Zuckerproduktion im Wartheland ist trotz des Krieges gestiegen. Die zurzeit vorhandenen 23 Zuckerrabriken werden modernisiert. (5312)

Die industrielle Entwicklung der Türkei begann 1933, als der Staat alle Betriebe übernahm, die für die Nation notwendig sind. Neben den staatlichen Betrieben gibt es auch halbstaatliche und private, die vom Staat gefördert und geführt werden. Ein erster Fünfjahresplan, 1934—1939, umfaßte die Schaffung einer Textil-, Glas-, Papier- und Zuckerindustrie, der zweite Fünfjahresplan, 1939—1944, vor allem die bergbauliche Erzeugung, die chemische und Nahrungsmittelindustrie, die Errichtung von Gasanstalten und Ölraffinerien, der dritte Industrieplan soll Einzeldurchführungen zusammenfassen und sieht auch u. a. Unternehmen zur Erzeugung von synthetischem Benzin und ein Werk für Aluminium-Verbindungen vor. Zum Aufbau einer Textilindustrie wurden 4 Baumwollkombinate errichtet in Kayseri, Eregli bei Konya, Nazilli und Malatya mit einer Gesamterzeugung von jährlich insges. 10 200 t; die Textilfabrik in Istanbul-Bakirköy wurde modernisiert und ausgebaut. 1938 wurde auch eine neue Kammgarnspinnerei in Bursa in Betrieb genommen, so daß der einheimische Bedarf an feinen Kammgarnen restlos gedeckt

werden kann. Als Rohstoff dient die Wolle einer sehr günstigen Mischrasse aus deutschen Merino- und türkischen Kivircikschafen. Eine neue Kunstseidenfabrik bei Gemlik am Marmarameer (Kapazität jährlich rd. 300 000 kg Kunstseide) deckt seit 1938 den inländischen Bedarf. Sie bezieht den Zellstoff von einer in Ismit errichteten Cellulosefabrik, die eine Kapazität von jährlich 17 500 t besitzt. Die Zuckerrabriken decken ebenfalls den Inlandsbedarf. Die 4 Zuckerrabriken in Usak, Eskisehir, Alpullu und Turhal wurden zu der Staatlichen A.-G. der türkischen Zuckerrabriken zusammengeschlossen und erzeugten 1940 rd. 90 000 t Zucker; weitere 3 Fabriken werden noch errichtet. Auf dem Gebiet der Zementherzeugung (5 Fabriken) ist die Türkei ebenfalls autark. Eine im Jahre 1936 in Ismit eröffnete Papier- und Kartonfabrik kann jährlich 12 000 t Papier und Pappe herstellen und gemeinsam mit dem seit 1938 arbeitenden zweiten gleich großen Werk in Ismit den Bedarf befriedigen. Auch in der Erzeugung von Porzellan und Glaswaren ist die Türkei vom Ausland unabhängig. In Pasabace wurde 1935 eine Fabrik mit einer jährlichen Leistungsfähigkeit von 11,7 Mio. Flaschen und 6 000 t Glaswaren in Betrieb genommen. In Kutahya sind Anlagen zur Erzeugung von Ton- und Porzellanwaren geplant. Zur Schaffung einer chemischen Industrie ist in der Nähe von Kutahya, wo sich Braunkohle und zahlreiche chemische Rohstoffe finden, die Errichtung einer Chloralkali-Elektrolyse vorgesehen mit einer Jahreskapazität von 2 300 t Ätznatron, 2 000 t Chlor, 1 000 t Salzsäure und 2 700 t Chlorkalk; eine Superphosphat- und Schwefelsäure-Fabrik wurde kürzlich in Karabuk fertiggestellt, wo auch eine Gerberei gebaut wird, eine Stickstoffabrik sowie eine Anlage für synthetische Treibstoffe auf der Grundlage der Braunkohlevorkommen von Kutahya sind geplant. In den Hüttenwerken und Kokereien von Karabuk können als Nebenprodukt täglich 12,32 t Benzol, 11,6 t Kreosotöl und 1,2 t Naphthalin erzeugt werden, weiterhin 2 t Ammoniak und 11,5 t Ammonsulfat. Errichtet wurden auch Werke zur Erzeugung von Nitrocellulose und Nitroglycerin und die Halbkoksabrik von Zonguldak, die seit 1935 läuft und den gesamten Koksbedarf der Türkei deckt sowie jährlich 20 Mio. m³ Gas erzeugt, davon den größten Teil für den eigenen Bedarf. Die Industrialisierung geht weiter mit dem Ziel, die Türkei zu einem bedeutenden Ausfuhrland zu entwickeln. (5303)

Die Knochen- und Hautleimherstellung in Bulgarien wird jetzt auch vom Staat bewirtschaftet. Die Leimfabriken müssen das Sammeln der Knochen, die außerhalb der Schlachthäuser anfallen, organisieren. Die Knochen werden dann an die Fabriken, je nach ihrer Leistungsfähigkeit, verteilt. Ferner müssen alle industriellen Gerbereien die Endstücke von Kleinviehellen nach der Kalkbad-Behandlung, noch vor dem Gerben, abschneiden und den Leimfabriken zuleiten. (5321)

PERSONAL- UND HOCHSCHULNACHRICHTEN

Gefallen: stud. chem. H.-G. Alisch, Königsberg (Pr.), als Obergefreiter der Luftwaffe, am 30. November im Alter von 21 Jahren. — Dr. W. Haßler, Betriebs-Chemiker der Schwannbleistiftfabrik A.-G. Nürnberg, Mitglied des VDCh seit 1939, am 20. August im Osten im Alter von 37 Jahren.

Kriegsauszeichnungen: Dr. F. ter Meer, Vorstandsmitglied der I. G. Farbenindustrie A.-G., Frankfurt a. M., erhielt das Kriegsverdienstkreuz 1. Kl.

Ehrungen: Direktor K. Hegner, Berlin, Vorsitzender des Reichsausschusses für Arbeitsstudien im NSBDT (Refa), wurde anlässlich seines 60. Geburtstages am 9. Dezember vom Verein Deutscher Ingenieure das VDI-Ehrenzeichen verliehen.

Jubiläen: Dr. A. Heß, Frankfurt a. M., früherer Abteilungsleiter bei den Farbwerken Meister Lucius & Brüning (jetzt I. G. Farbenindustrie A.-G.), Höchst a. M., feierte am 20. Dezember sein goldenes Doktorjubiläum.

Ernannt: ao. Prof. Dr.-Ing. habil. Helberger, T. H. Berlin, zum o. Prof., mit der Verpflichtung, chemische Verfahrenstechnik in Vorlesungen und Übungen zu vertreten.

Gestorben: E. Möller, Stuttgart, Agr.-Chemiker der Thomasphosphat-Fabriken GmbH, Berlin, am 21. November im Alter von 66 Jahren. — Dr. A. Prior, Chemnitz, Textilchemiker der Chemischen Fabrik Stockhausen & Cie., Leiter der Deutschen Sektion des Internationalen Verbandes der Chemiker-Coloristen (IVCC), Mitglied des VDCh seit 1928, am 17. Dezember im 42. Lebensjahr.

Redaktion: Dr. W. Foerst.
Redaktion: Berlin W 35, Potsdamer Straße 111. Fernsprecher: Sammelnummer 219501, Nachruf 211606. — Geschäftsstelle des VDCh: Berlin W 35, Potsdamer Straße 111. Fernsprecher: Sammelnummer 219501, Nachruf 210134. Telegramme: Chemikerverein Berlin. Postcheckkonto: Verein Deutscher Chemiker, Berlin 78853. — Verlag und Anzeigenverwaltung: Verlag Chemie, G. m. b. H., Berlin W 35, Woyrschstraße 37. Fernsprecher: Sammelnummer 219736, Postcheckkonto: Verlag Chemie, Berlin 15275.

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit Genehmigung der Redaktion.