Geheimer Regierungsrat Prof. Dr. Nernst-Berlin (der wieder den Vorsitz übernimmt): Ich bin sicher, verehrte Anwesende, dass ich ganz in Ihrem Sinne handle, wenn ich die Gelegenheit benutze, um dem Herrn Schatzmeister für seine eifrige und zeitraubende Arbeit, die er im Dienste der Gesellschaft leistet, den wärmsten Dank auszusprechen. (Beifall.)

Dr. Bechhold-Frankfurt a. M.: Wir haben die Rechnung geprüft. Ich kann bestätigen, dass alles in Ordnung befunden worden ist, und möchte bitten, dem Herrn Schatzmeister Entlastung zu erteilen.

Vorsitzender: Ich möchte fragen, ob dazu noch das Wort gewünscht wird? — Es erhebt sich kein Widerspruch. Die Decharge ist erteilt.

NOTIZ ZUR ELEKTROLYTISCHEN NICKELFÄLLUNG AUS AMMONIUMOXALATLÖSUNG.

Von A. Fischer.

Am Anfang dieses Jahres¹⁾ habe ich auf eine von mir unternommene grössere Untersuchung über den Chemismus der Kohlenstoffaufnahme durch Metalle bei der Elektrolyse von Oxalatlösungen hingewiesen. Der Beginn dieser Arbeit fällt zusammen mit den von Verwer²⁾ im hiesigen Laboratorium auf Veranlassung von Herrn Geheimrat Classen angestellten Versuchen, welche vornehmlich das Eisen betreffen, und die Verwer aus äusseren Gründen nicht zu Ende führen konnte.

Soweit sich meine Untersuchung auf das Nickel erstreckt, ist dieselbe Gegenstand einer Promotionsarbeit des Herrn Dipl.-Ing. G. Lambris, die jedoch zur Zeit noch nicht abgeschlossen ist.

Die soeben erschienene Veröffentlichung von A. Thiel und A. Windelschmidt³⁾ veranlasst mich, einige der bei der Nickeloxalatelektrolyse gewonnenen Resultate kurz mitzuteilen.

Veranlasst durch Differenzen, die ich Ende des Jahres 1905 bei der Analyse von Nickelstählen (Felix Bischoff-Duisburg) zwischen den Resultaten der elektrolytischen Methode nach Fresenius-Bergmann und denen der Oxalatmethode beobachtete, habe ich im Verein mit Herrn Keiffer zu derselben Zeit die elektrolytischen Methoden nach Fresenius, Oettel und Classen einer vergleichenden Prüfung unterzogen. Hierbei ergaben sich die kleinsten Werte nach Fresenius, mittlere nach Oettel und die höchsten nach der Oxalatmethode, und zwar betrugen die Unterschiede bei einer Metallmenge von 0,2 g, zwischen der ersten und zweiten Methode 1,5 mg, und zwischen der ersten und dritten Methode 3 mg; die angewandten Mengen Ammoniumoxalat betrugen 4 bis 5 g auf 120 ccm Lösung.

Nach dem Vorgang Verwers haben wir die Nickelniederschläge in Kupferchloridsalmiak gelöst, den dabei zurückbleibenden, Kohlenstoff enthaltenden Körper gesammelt und im Sauer-

stoffstrome verbrannt. Hierbei ergaben 40,8 mg Substanz 54,8 mg Kohlendioxyd und 38,4 mg Wasser, entsprechend einem Gehalt von 36,63% C und 10,55% H¹⁾.

Die weitere Untersuchung über das Entstehen und die Natur sowohl dieses Körpers, als der sonstigen, bei der Elektrolyse des Nickelammoniumoxalats im Metall und in der Lösung auftretenden Nebenprodukte hat nun G. Lambris in die Hand genommen. Zu diesem Zwecke nimmt er elektrolytisches Nickel in Mengen von 70 g und darüber in Untersuchung, also Mengen, welche bislang nach der Oxalatmethode in zusammenhängender Masse noch nicht erhalten wurden²⁾.

Die Ergebnisse der Lambrisschen Versuche werden seiner Zeit in der Dissertation ausführlich beschrieben werden; hier sei nur auf folgendes besonders hingewiesen. Bei der Darstellung so grosser Nickelmengen haben wir das Verhalten der Nickelanode in Ammoniumoxalatlösung untersuchen müssen und dabei, neben der Abnahme des Anodenpotentials um etwa 0,3 Volt (entsprechend der Differenz der Ueberspannungen bei der Sauerstoffentwicklung an Nickel einerseits und Platin anderseits) beobachtet, dass sich periodische Spannungserscheinungen, wie sie an einer Platinanode sich zeigen, nicht abspielen. Die von Thiel und Windelschmidt beschriebenen Schwingungen sind übrigens, ebenso wie die von Küster seiner Zeit beschriebenen Schwingungen bei der Antimon-elektrolyse, im hiesigen Laboratorium schon vor Jahren beobachtet worden; beim Nickel wurde erkannt, dass dieselben mit der Bildung von Nickeloxyd im Zusammenhang stehen. Da diese Schwingungen jedoch von den an der Kathode sich abspielenden Vorgängen in gewissem Sinne unabhängig sind, so wurde bislang davon abgesehen, dieselben zum Gegenstand eines besonderen Studiums zu machen. Es sei beiläufig bemerkt, dass die Schwingungen durch

1) Zeitschr. f. angew. Chemie 20, 136 (1907).

2) Chem.-Ztg. 25, 792 (1901).

3) Z. f. Elektroch. 13, 317 (1907); vergl. Dissertation von A. Windelschmidt, Münster 1907.

1) Diese Ergebnisse sind in der am 26. Mai 1906 an die hiesige Technische Hochschule eingelieferten Diplomarbeit des Herrn C. Keiffer niedergelegt.

2) Vergl. auch Dissertation von A. Windelschmidt, S. 34.

Bewegen des Elektrolyten nur geändert, aber nicht aufgehoben werden; die Erscheinung kann also weder auf einer Widerstandsveränderung, noch auf einer Konzentrationsverschiebung allein beruhen.

Wenn auch von der Anwendung der Oxalat-lösung zur Bestimmung des Nickels vorläufig abzusehen ist, so bleibt dieselbe doch für die Trennung des Nickels von Chrom und Aluminium, insbesondere bei der Analyse von

Qualitätsstählen, höchst empfehlenswert. Zu diesem Zweck wird die Oxalatmethode denn auch in den Stahllaboratorien angewandt; man erhält bei diesen Analysen Nickel, welches, da es kupferhaltig ist, ohnehin nochmals gelöst und vom Kupfer getrennt werden muss, wonach man es nach der Ammoniakmethode elektrolytisch bestimmen kann.

Aachen, 18. Juni 1907.

(Eingegangen: 19. Juni.)

TECHNISCHES REPERTORIUM.

AUSZÜGE AUS ENGLISCHEN PATENTEN.

W. N. Caton. **Akkumulator.** Engl. Pat. 19853 (2. 10. 05).

Das Patent beschreibt eine Aufhängevorrichtung für die Platten, die für Traktionsakkumulatoren bestimmt ist.

Fig. 278.

Die positiven und negativen Platten hängen abwechselnd, durch gefurchte und durchlöchernte Ebonitplatten getrennt, an Stäben *c* und *c'* (Fig. 278), die durch Löcher in den Platten hindurchgesteckt sind. Die Stäbe bestehen aus Glas, Ebonit, Vulkanit, Celluloïd, präpariertem Holz oder dergl. Sie hängen mittels Gummibändern *d* an anderen Stäben *e* und *e'*, welche letztere von dem Ebonitkasten, der den Akkumulator enthält, getragen werden. Seitliche Bewegungen der Platten werden durch den Stab *f* verhindert, der durch Löcher an den unteren Enden der Platte hindurchgeführt ist und der zwischen den Führungsstangen *h* liegt, so dass er sich wohl senkrecht, aber nicht seitlich verschieben kann.

Siemens & Halske. **Tantal.** Engl. Pat. 19892 (2. 10. 05, Priorität 13. 10. 04). *Ta* wird durch Zufügung von *C*, *Si*, *Al*, *Sn*, *Ti*, *O* und *H* gehärtet; der Grad der Härtung hängt von der Menge des Zusatzes ab, der aber 1% nicht überschreitet. Entweder wird das Tantal im Vacuum mit dem elektrischen Strom geschmolzen und die Zusätze zur Schmelze gegeben oder es wird, wenn es z. B. mit Kohle versetzt werden soll, in Kohle eingebettet und auf Rotglut erwärmt.

Johnson (Chemische Fabrik Griesheim-Elektron). Konzentrieren von **Salpetersäure.** Engl. Pat. 19986 (3. 10. 05). Die HNO_3 wird mit Polysulfat gemischt (2 Mol auf 1 Mol Wasser) und destilliert, erst bei 110 bis 130°, wobei konzentrierte Säure abdestilliert, dann bei 250 bis 300°, wobei Wasser destilliert und Polysulfat zurückbleibt, das dann wieder in den Betrieb geht. Durchleiten von Luft und niedriger Druck bei der Destillation erleichtern den Vorgang.

H. Goldschmidt und O. Weil. **Metallgewinnung.** Engl. Pat. 20004 (3. 10. 05). Das bekannte aluminothermische Goldschmidtsche Verfahren zur Gewinnung von *Cr*, *Mn* u. s. w. wird erleichtert, wenn man dem gewöhnlichen Oxyd noch ein höheres Oxyd zumischt;

z. B. setzt man zu 100 kg Chromoxyd 3 bis 4 kg Chromsäure und zu 73 kg rotem Manganoxyd 5 kg Dioxyd hinzu. Man kann auch die Erze oder Oxyde selbst vorher durch Oxydationsmittel an Sauerstoff anreichern.

K. J. Varelle. **Wasserzersetzung.** Engl. Pat. 20217 (6. 9. 05). (D. R.-Pat. 178123, Z. f. Elektroch. 12, 902).

H. S. Hatfield und Reason Manufacturing Co. **Quecksilbersalz als Elektrolyt für Elektrizitätszähler.** Engl. Pat. 20500 (10. 10. 05). Der Elektrolyt besteht aus einem Quecksilberdoppelsalz. Einer der Komponenten ist stets $HgCl_2$, HgJ_2 , $HgBr_2$ oder $Hg(SCN)_2$. Der andere Komponent ist ein Salz eines elektropositiven Metalles, z. B. NH_4 mit den Säureradikalen *Br*, *J* oder *CNS*, und zwar ist es im Ueberschuss vorhanden, so dass das anodisch abgeschiedene *Hg*-Salz mit Sicherheit gleich wieder aufgelöst ist, doch nicht in solcher Menge, dass es kathodisch auskristallisieren könnte. Am besten ist eine Lösung von $\frac{1}{2} HgJ_2 + 5KJ$. Als Elektrode bewährt sich Iridium (siehe das übernächste Patent 20770. 1905).

V. Mitkevitch. **Elektrometallurgie.** Engl. Pat. 20769 (13. 10. 05). Beim elektrischen Schmelzen und anderen elektrometallurgischen Prozessen, bei denen ein Lichtbogen benutzt wird, wird die Stabilität des Bogens, wenn er durch Wechselstrom betrieben wird, dadurch gesichert, dass beiden oder einer Elektrode durch eine andere Wärmequelle noch Hilfswärme zugeführt wird, entweder mittels eines Knallgasgebläses oder mittels eines Hilfslichtbogens.

H. S. Hatfield und Reason Manufacturing Co. **Elektroden.** Engl. Pat. 20770 (13. 10. 05). Kathoden für Elektrolyse von Quecksilbersalzlösungen, speziell in Elektrizitätszählern, werden aus nicht amalgamierbaren Stoffen hergestellt, deren Härte und chemische Unangreifbarkeit die des Iridiums erreicht oder übertrifft, nämlich *Ir*, *Ta*, *Nb*, *V*, massives graphitisches Silicium, natürliches oder künstliches Magnetit. *Ir* benutzt man in aufgerollter Form oder auf Glas eingebrannt, eventuell mit Iridiumschwarz bedeckt; die aufgerollten Bleche werden vor dem Gebrauch mittels des Sandstrahlgebläses gehärtet. *Ta*, *Nb* und *V* werden als Blech oder Draht verwendet. *Si* wird in dünne Streifen zerschnitten und auf beiden Seiten eines *Pt*-Blechtes befestigt; die unbedeckt bleibenden Stellen des *Pt* werden mit Glas zugedeckt. Magnetit wird im elektrischen Lichtbogen oder in der Knallgasflamme auf einen *Pt*-Draht festgeschmolzen und die Lücken werden auch hier mit geschmolzenem Glas verdeckt.

K. A. Kühne. **Gewinnung von Metallen und Metalloïden.** Engl. Pat. 20884 (14. 10. 05). Das