

Das Fluorid wurde durch ein stark erhitztes Porzellanrohr geleitet, in welchem kleine Kügelchen einer Mischung von 9 Th. amorpher Kieselsäure und 4 Th. fein gepulverter Holzkohle sich befanden. Als bald strömten Dämpfe von Fluorsilicium aus dem Rohre, und beim Öffnen wurden sehr scharfe buntangelaufene hexagonale Krystalle von Cr_2O_3 gefunden, nebst einer fast schwarzen spröden Masse, deren Analyse

Cr	30,13	
SiO_2	48,53	
C	11,39	
F	<u>0,00</u>	90,05
O		<u>9,95</u> (als Differenz)
		100,00

zu der Zusammensetzung führte

Cr	8,39
Cr_2O_3	31,69
SiO_2	48,53
C	<u>11,39</u>
	100,00.

Eine directe Bestimmung des in Salzsäure löslichen Chrommetalls ergab 7,61 Proc. Die Reduction wurde auch bei Wiederholung dieses Verfahrens niemals eine vollständigere und das so erhaltene Metall war immer stark siliciumhaltig.

Das Chromhexafluorid macht also keine Ausnahme von der bekannten Reducirbarkeit der Fluoride der Schwermetalle und lässt sich zur Darstellung kleiner Mengen metallischen Chroms anwenden. Zur Darstellung grösserer Mengen aber empfiehlt sich die Methode nicht, da die obenerwähnten, dem Fluorid beigemengten Gase, indem sie bei der hohen Versuchstemperatur oxydirend auf das schon gebildete Metall einwirken, einerseits die Ausbeute vermindern und andererseits die schwierige und zeitraubende Trennung des Metalls vom Oxyd nöthig machen.

Zur Bestimmung des metallischen Aluminiums im käuflichen Aluminium.

Von

Dr. F. Regelsberger.

Das von G. Klemp (d. Z. 1889, 710) angegebene Verfahren zur Bestimmung des Aluminiums aus der Menge des durch Einwirkung von Kalilauge entwickelten Wasserstoffes: $6\text{H} = 2\text{Al}$ ist ungenau, weil auch Silicium mit Kalilauge Wasserstoff entwickelt und zwar sind: $4\text{H} = 1\text{Si}$. Da nun Silicium in keinem Handels-Aluminium fehlt,

so würde diese Methode stets einen höheren Aluminiumgehalt, nämlich im Verhältniss $\frac{1}{4}\text{Si} : \frac{1}{3}\text{Al} = 7 : 9$ ergeben, z. B. würde ein Handelsaluminium II. Qualität mit 98Proc. Aluminium, 1,5Proc. Silicium, 0,5Proc. Eisen nach dieser Methode enthalten 99,9Proc. Aluminium,

denn 9,8 Th Al entwickeln 10,89 Th. Wasserstoff

1,5 Th. Si „ 0,21 Th. „

also zus. 11,10 Th. Wasserstoff, der auf Al gerechnet, 99,9 Th. Aluminium entspricht ($1,5 \times \frac{9}{7} + 98 = 99,9$).

Ob es möglich ist, die Methode so zu verbessern, dass nur der vom Aluminium entwickelte Wasserstoff zur Berechnung kommt, mögen die weiteren Untersuchungen von Hrn. Klemp zeigen. Doch kann ich — ganz abgesehen von meinem Zweifel an dieser Möglichkeit — nicht die Erwähnung unterdrücken, dass es bei der Werthbestimmung des Handelsaluminiums vor allem auf den Gehalt an Verunreinigungen ankommt; der Gehalt an Aluminium ergibt sich daraus von selbst und seine genaue Bestimmung würde höchstens eine schätzbare Controle dafür sein, dass kein verunreinigender Bestandtheil bei der Bestimmung übergangen wurde.

Zur directen Aluminiumbestimmung im Handelsaluminium bediene ich mich gern des folgenden Wegs. Lösen der Probe (2 g) in conc. Kalilauge (= 15 g reines Kali) in Platinschale, Auffüllen mit Wasser zu 200 cc; 50cc davon mit reinem salpetersauren Ammon aufkochen und abfiltriren. Der Niederschlag lässt sich sehr gut und rasch auswaschen (auf dem Saugfilter) und gibt gegläht und gewogen sehr genau stimmende Zahlen. Der Thonerdegehalt der Reagentien ist natürlich ebenso bestimmt und wird in Abzug gebracht.

Erfahrungen mit der Alkohol-Breipolarisation.

Von

Dr. W. Henatsch.

Für die Fabriken, welche ihre Rüben nach Massgabe des Zuckergehalts bezahlen, ist es von besonderer Wichtigkeit, behufs Ermittlung und Feststellung des Zuckergehalts eine zuverlässige und leicht zu handhabende Methode zu besitzen. Zweifellos ist hinsichtlich der Einfachheit der Ausführung die kalte Alkohol-Brei-Polarisationsmethode von Stammer unerreicht, und

dürfte dieselbe wohl auch in vielen Fabriken, in denen die Rüben nach Zuckergehalt bezahlt werden, eingeführt sein. Zur Herstellung des feinen Breies, welcher für dies Verfahren unbedingt erforderlich ist, wird vielfach der Rübenfraiser von Keil und Dolle in Quedlinburg angewendet. Ich möchte nicht unterlassen, hierbei besonders darauf hinzuweisen, dass es, um von der Rübe ein richtiges Durchschnittsmuster zu erhalten, unbedingt nothwendig ist, den Fraiser genügend breit herzustellen, da anderenfalls der keilförmige Ausschnitt, welchen der Fraiser in der Längsrichtung der Rübe erzeugt, zu schmal sein und vom Kopf der Rübe zu wenig ausgefraist werden würde.

Trotz der leichten und bequemen Arbeit nach dieser Methode habe ich mich in diesem Jahre aber doch veranlasst gesehen, dieselbe aufzugeben, da ich aus vielfachen Parallelversuchen bei Anwendung verschiedener Methoden die Überzeugung gewonnen hatte, dass die kalte Alkohol-Brei-Polarisation zu hohe Zahlen ergibt. Ich bemerke hierbei, dass ich in den Jahren zuvor nach diesem Verfahren recht gut stimmende Resultate erhalten hatte, in diesem Jahre aber ist mein Vertrauen zu demselben erschüttert worden. Ich habe Parallelversuche angestellt mit demselben fein geschliffenen Rübenbrei nach der kalten Alkohol-Methode, nach der Alkohol-Digestions-Methode und nach der Alkohol-Extractions-Methode, und stets waren die Resultate nach der kalten Alkohol-Methode höher und zwar um 0,3 bis 0,6 Proc. höher, als nach den beiden anderen erwähnten Verfahren. Auch ergab die directe Saft-Polarisation, sowie auch die Inversion des aus diesem feinen Brei erhaltenen Saftes bedeutend niedrigere Zahlen, als das kalte Alkoholverfahren. Es scheint doch die Anwärmung besonders wichtig zu sein beim Ausfällen der optisch activen Nichtzuckerstoffe durch Alkohol und Bleiessig, und ausserdem erreicht man durch die Anwärmung ein völliges Verdrängen der in dem fein geschliffenen Brei angesammelten Luft, welche sich bei dem kalten Alkoholverfahren auch nach längerem Schütteln schwer entfernen lässt. Ich lasse daher jetzt für die Bezahlung der Rüben nach Zuckergehalt statt dem kalten Alkoholverfahren das Alkohol-Digestionsverfahren in Verbindung mit dem Rübenfraiser von Keil und Dolle anwenden und erhalte nun Resultate, welche sowohl mit der Untersuchung der Schnitzel von der Schnitzelmaschine, als auch mit den allgemeinen Ausbeutezahlen in einem annähernd richtigen Verhältniss stehen.

Brennstoffe, Feuerungen.

Braunkohle aus dem Bergbaue bei Dodosi in der Gemeinde Kralyercani (I), aus Ilz bei Fürstenfeld (II), beide untersucht von L. Schneider, vom Bergbaue Csala-dudve-Zwierzina-Féle in Nagy-Kovacs (III), untersucht von H. Peterson (vgl. S. 25) hatte folgende Zusammensetzung:

	I	II	III
Wasser	19,2	9,15	15,60
Asche	11,2	13,45	8,9
Kohlenstoff	47,2	49,10	51,6
Wasserstoff	4,25	4,23	4,1
Sauerstoff und Stickstoff	18,15	24,07	19,80

Die Vergasung von Brennstoff wollen E. Solvay und L. Semet (D.R.P. No. 53 487) durch überhitzten Wasserdampf mit beschränkter Zufuhr von überhitzter Luft in einem Schachtofen erreichen, wobei die Überhitzung des Dampfes und der Luft theils durch die Wärme des erzeugten Gases bewirkt wird und theils durch Verbrennung eines Theiles des erzeugten Gases mittels Luft in einem mit dem Schachtofen verbundenen Überhitzer.

Fig. 13 bis 15 zeigt eine viereckige, Fig. 16 bis 18 eine runde Form der hierzu bestimmten Öfen in je drei Schnitten. In denselben ist *A* der mit dem zu vergasenden Brennstoff angefüllte Ofenschacht, *B* der unten durch *B*₁ mit *A* verbundene Dampfkanal, *C* der Heizkanal mit Abzug *C*₁, *D* der Gassammler mit Ableitung *D*₁ nach dem Heizkanal, *E* die im Gasabzug gelegene Heizleitung, durch welche der Wasserdampf bez. das Gemisch von Wasserdampf und Luft in den Kanal *B* gefördert wird, *O* die Auszugsöffnung für den Koks, *T* die Vorrichtung zum Einfüllen der Kohle.

Man kann einen cylindrischen Ofen ohne Rost benutzen, oder treffender einen oben und unten geschlossenen Schachtofen, welcher den Koks (Steinkohle, Lignit, Anthracit u. dgl.) durch das obere Ende empfängt und am unteren Ende nur Asche (unter Beihülfe einer selbstthätig wirkenden Vorrichtung) entlässt. Der zur Vergasung dienende bez. mit Luft zuvor vermischte Wasserdampf wird durch den Gasabzug (*E*) hindurchgeleitet und entzieht zunächst den abströmenden Gasen die von diesen etwa mitgeführte Wärme und tritt dann in den Theil, welchen man Regenerator nennen kann. Letzterer ist möglichst nahe an den Verbrennungsraum herangerückt, in dessen Wand gelegen, wie in Fig. 14 oder selbst in der Mitte des Schachtes angeordnet, wie in Fig. 17, so dass dieser ringförmig wird; in einem Theile des Regenerators circuliren der

Wasserdampf und die Luft und im anderen Theile Gas, welches vorzugsweise den Destillationsgasen entnommen wird und zur Gewinnung des Ammoniaks gewaschen worden

W. Loé und C. Gumbart (D.R.P. No. 53 844) wollen Torf trocknen, unter Gewinnung von Ammoniak und Essigsäure verkohlen, dann zu Presskohlen verarbeiten.

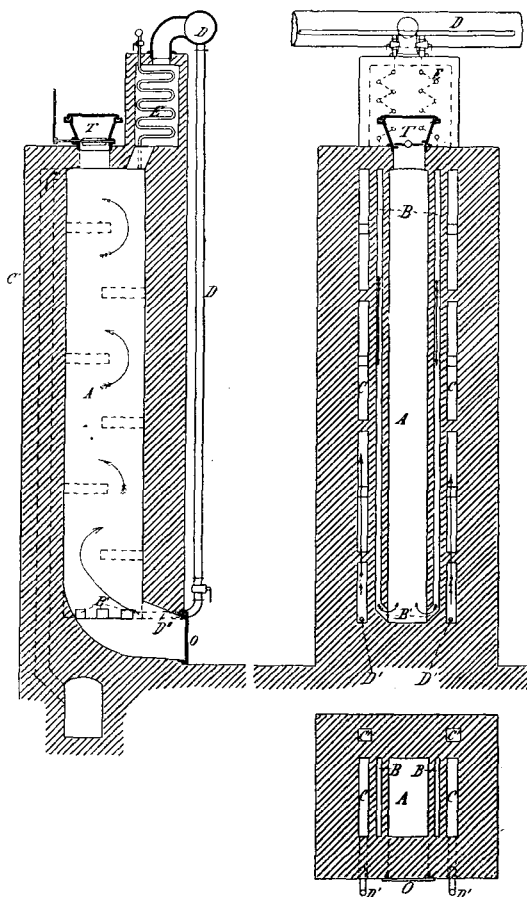


Fig. 13 bis 15.

ist. Dieses Gas und die behufs seiner Verbrennung darunter gemischte, in D'' frei eintretende oder eingeleitete Luft, welche beide überhitzt sein können, bewirken die Überhitzung des zur Vergasung dienenden Gemisches von Wasserdampf und Luft, welches von unten in den Schacht eintritt, in demselben durch die Brennstoffschicht hindurch nach oben strömt und dabei letzteren unter Bildung von Kohlenoxyd und Wasserstoff verbrennt. Man könnte auch Regeneratoren nach Whitwell, Cooper o. dgl. verwenden.

Verfahren zur Herstellung von Leucht- und Heizgas. A. Kitson (D. R.P. No. 53 823) will in die glühende Kohlenmasse eines Schachtofens von unten Dampf und Luft, von oben Dampf und flüssige Kohlenwasserstoffe einblasen; das entstehende Mischgas soll in der Mitte abgeführt werden.

Presskohlen aus Torf. J. Rüderer,

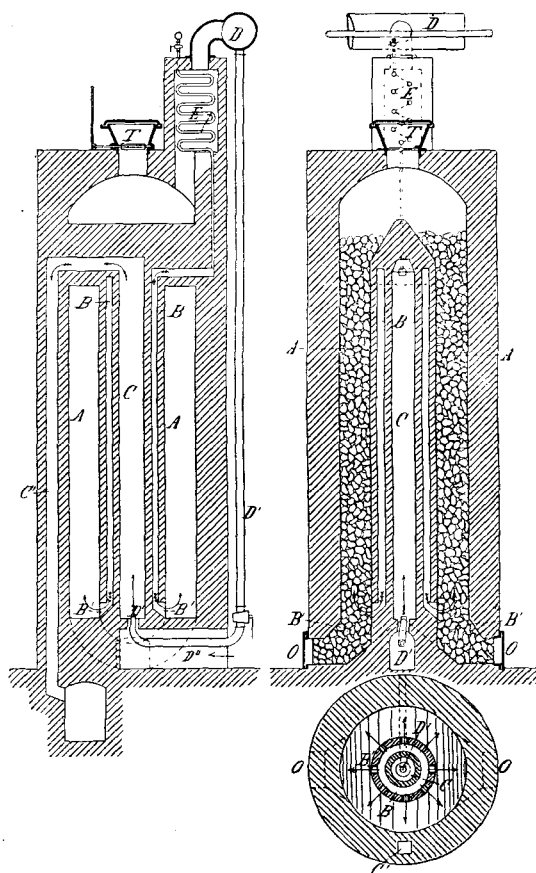


Fig. 16 bis 18.

Dem Trockenofen wird durch Kanal L (Fig. 19) heisse Luft zugeführt, während bei D der Dunstabzug angebracht ist. An den Transportbändern K sind gitterförmige Klappen G angebracht, welche auf einem Theil ihres Weges von festliegenden Leitschienen L unterstützt und von denselben auf bestimmte Strecken getragen werden. Diese Leitschienen sind derart angeordnet, dass der durch den Torfeinwurf E eingebrachte Torf zunächst auf die unterstützten Klappen G gelangt und diese letzteren am Ende des oberen Weges ihre Unterstützung verlieren. Die Klappen G fallen dann nach rückwärts in die lothrechte Stellung und leeren die auf ihnen ruhende Masse auf den unteren zurückgehenden Theil desselben Transportbandes, bei welchem die Klappen G wieder vom Anfang der Bewegung an bis kurz vor dem Ende des Weges durch eine Leitschiene L unterstützt sind. Der Torf wird sodann nach erfolgter Rückbewegung durch die

wieder herunterfallenden Klappen auf das zweite Transportband gebracht, auf welchem der beschriebene Vorgang sich wiederholt, bis dann der Torf in nahezu entwässertem Zustand durch den Ausfall *A* entleert wird. Der getrocknete Torf wird mit zu Pulver gelöschtem Kalk vermisch, dann verkohlt und schliesslich mit Wasser befeuchtet gepresst.

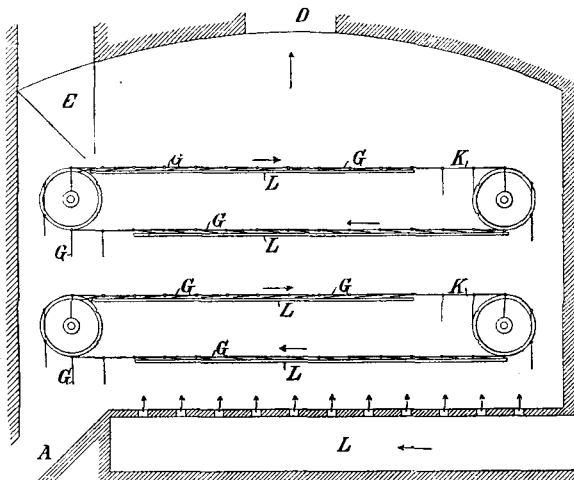


Fig. 19.

Dissociation von Kohlensäure und Wasserdampf. A. W. v. Hofmann (Ber. deutsch. G. 1890 S. 3303) beschreibt eingehend die Bedingungen, unter welchen Kohlensäure durch den elektrischen Funken zerlegt und nach einiger Zeit durch Verpuffung des gebildeten Kohlenoxyds und Sauerstoffes zurückgebildet wird. Glühender Platindraht zerlegt die Kohlensäure nicht, was für die Gasanalyse (vgl. d. Z. 1890, 592) wichtig ist. Auch Wasserdampf wird unter diesen Verhältnissen nicht zerlegt, wohl aber beim raschen Vorüberleiten vom weissglühenden Draht.

Intensivgaslampe. Nach K. M. Seifert (D.R.P. No. 53 827) geschieht die Zuführung der Verbrennungsluft von unten durch das kegelförmige Rohr *G* (Fig. 20), welches bis nahe an die Öffnungen des Brenners *A* reicht. Durch diese Anordnung wird bewirkt, dass nur ein Theil der Luft unmittelbar zur Flamme, und zwar zur äusseren Flammenfläche tritt, während der andere Theil bis unter den Deckel der Dose *B* emporgetrieben wird und von da zwischen der inneren Wandung der Dose und dem Brenner zur Flamme hinabsinkt und somit die innere Flammenfläche speist. Das Rohr *G* kann auch bis in den Brenner hinein verlängert werden, so dass der Luftstrom erst innerhalb des Brenners getheilt wird, und ein Theil zur Innenfläche,

der andere zur Aussenfläche der Flamme gelangt.

Destillationsapparat für Mineralöl. J. Dewar und R. Redwood (D.R.P. No. 53 552) wollen Mineralöle unter hohem Druck destilliren, indem Luft oder ein anderes Gas in den Destillirapparat gepresst wird, ehe die Verdampfung vor sich geht,

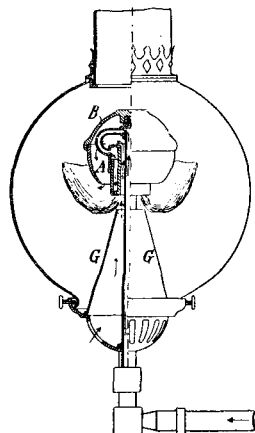


Fig. 20.

während die mit der Retorte in freier Verbindung stehende Kühlvorrichtung am Abflussende mit einem geschlossenen Raum verbunden ist, in welchem sich die Flüssigkeit unter Druck ansammelt, um von Zeit zu Zeit abgezogen zu werden.

Die Feuerung *A* (Fig. 21 bis 23) ist mit Feuerthür *A*₁ und Aschenfallthür *A*₂ versehen. Oberhalb der Verbrennungskammer *B* befindet sich eine Metallretorte *C*, welche in einem feuerbeständigen Gehäuse *C*₁ gelagert ist, um das Metall gegen zu hohe unmittelbare Erhitzung zu schützen. Die Retorte liegt in einer Heizkammer *B*₁, in welche durch Seitenkanäle *B*₂ die heissen Verbrennungsproducte aufsteigen, um dann durch centrale Kanäle *B*₃ in einen Kanal *B*₄ zu treten und von hier durch den Schornstein *B*₅ abzugehen. Der vordere Theil der Retorte *C* steht mit einem Retortenhelm *C*₂ in Verbindung. Letzterer ist mit einem Druckmesser *C*₃ und einem Sicherheitsventil *C*₄ versehen. Das freiliegende Ende der Retorte *C* wird mittels eines leicht zu entfernenden Deckels *C*₅ abgeschlossen, welcher letzterer mit einem Ölstandsglas ausgerüstet ist.

In dem Behälter *D*₁, in welchem die Kühlschlange *D* angebracht ist, befindet sich Kühlwasser. Das obere Ende der Kühlschlange steht mittels einer Röhre mit dem Retortenhelm *C*₂ in Verbindung, während ihr unteres Ende in einen rohrförmigen Behälter

ter D_2 einmündet, welcher mit einem Ölstandsglas D_3 versehen ist und von dessen Boden ein mit einem Absperrhahn oder Ventil ausgerüstetes Ablassrohr D_4 ausgeht. Die Druckpumpe E dient dazu, das zu destillirende Öl durch ein Rohr E_1 in die Retorte C zu befördern. Das Rohr E_1 erstreckt sich am besten bis nahe an das vordere eingeschlossene Ende der Retorte. Der Inhalt der letzteren kann durch ein mit einem Hahn versehenes Rohr E_2 abgelassen werden, oder es kann auch das Rohr E_2 mit einer zweiten

in der Säule D_2 gesammelt. Von hier wird dasselbe in passende Behälter abgezogen, in denen dann das Gas, welches etwa noch in der Flüssigkeit aufgelöst sich befindet, frei wird und gesammelt werden kann. Aus dem Raum oberhalb der Flüssigkeit in dem Behälter D_2 kann Gas mittels eines Rohres und eines Hahnes D_5 oder eines passenden belasteten Sicherheitsventils abgelassen werden. Von Zeit zu Zeit ist der Deckel C_5 der Retorte zu entfernen, um den Rückstand auszuräumen. Während des Destillations-

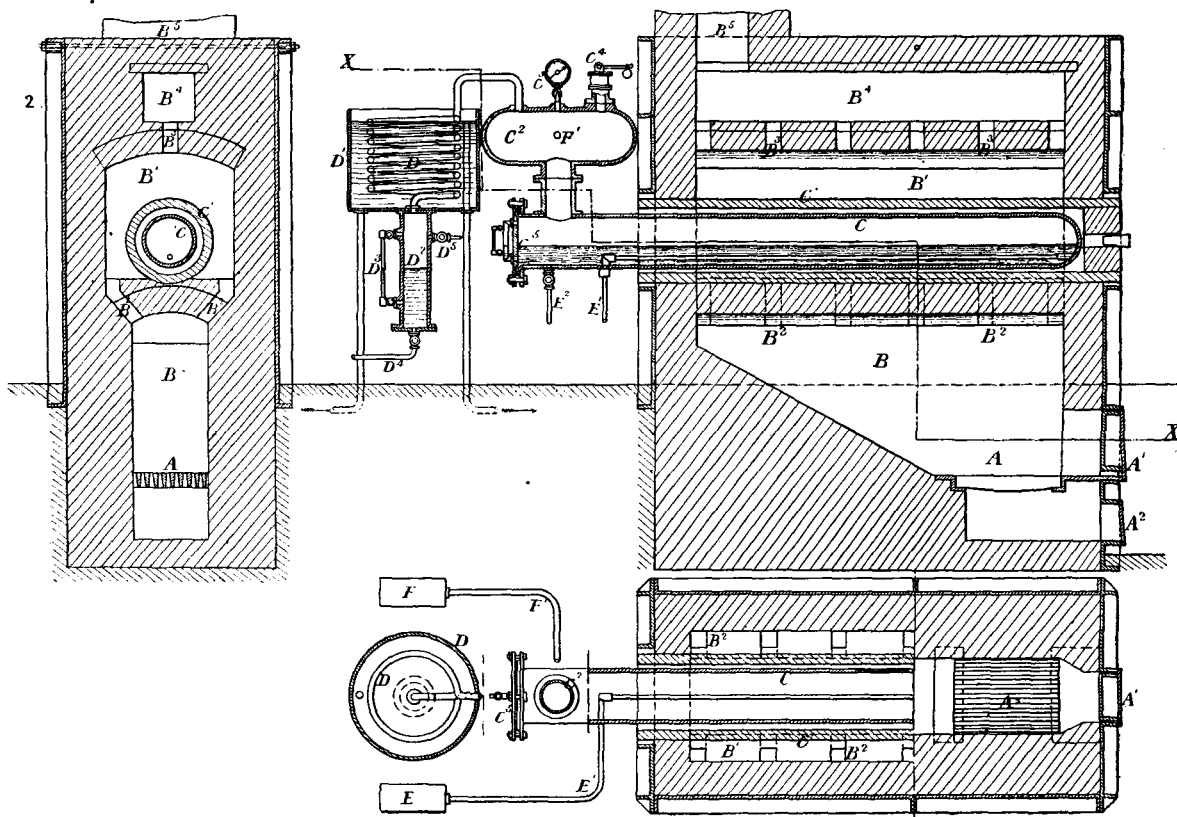


Fig. 21 bis 23.

Retorte in Verbindung stehen, welche in ähnlicher Weise mit einer dritten Retorte verbunden ist, so dass auf diese Weise eine Reihe von Retorten in beliebiger Anzahl gebildet wird. Durch Luftdruckpumpe F wird Luft oder ein geeignetes Gas durch Rohr F_1 in den Retortenhelm C_2 gedrückt.

Nachdem die Retorte C zum Theil mittels der Pumpe E mit Öl beschickt worden ist, und die Innenräume sowohl der Retorte selbst, als auch ihr Helm C_2 , die Kühltangschlange D und die Röhre D_2 mit Luft oder Gas bis zu dem gewünschten Druck angefüllt sind, beginnt man mit der Heizung der Retorte. Der aus dem Öl sich entwickelnde Dampf wird bei seinem Durchgange durch die Schlang D verflüssigt und das Destillat

processes strömt der Dampf, welcher etwa in dem Retortenhelm C_2 condensirt worden ist, oder die Flüssigkeit, welche etwa in den Retortenhelm C_2 vorgedrungen ist, zur Flüssigkeitsmasse in der Retorte zurück.

Hüttenwesen.

Die goldähnliche Legirung von Th. Held (D.R.P. No. 54 846) wird dadurch hergestellt, dass 100 Th. geschmolzenes Kupfer mit 6 Th. Antimon versetzt werden, dann wird ein Zuschlag von Holzasche, Magnesium und Kalkspath zugegeben, wodurch der Legirung eine ihr sonst anhaftende Porosität genommen und ein besonders hoher Dichtigkeitsgrad des gegossenen Metalles