

weder mit einem Filter oder einem anderen durchlässigen Stoffe umhüllt, in das Einsatzgefäß eingebracht und das Ganze vorsichtig in die Röhre *A* eingeschoben. Sollte das Heberröhrchen sich bei diesem Vorgang verschieben, so ist dasselbe leicht mittels eines Stäbchens in die richtige Lage zu bringen.

Nachdem der Extractionskolben mit dem Apparat verbunden ist, wird die Extractionsflüssigkeit eingefüllt, der Kühler aufgesetzt und die Erwärmungsvorrichtung in Thätigkeit gebracht. Ehe die zurücktropfende Extractionsflüssigkeit den Rand des Einsatzgefäßes erreicht, beginnt die Heberwirkung des Röhrchens *C* (in Folge seiner capillaren Öffnung) und befördert die Flüssigkeit in den Extractionskolben zurück, worauf das Spiel von Neuem beginnt.

Der Apparat ist in Folge seiner einfachen Construction leicht zu handhaben und zu reinigen; ein Vorzug desselben ist ferner, dass das Heberröhrchen nicht angeschmolzen ist, eine Auswechslung also leicht erfolgen kann, im Fall dasselbe zerbrechen oder sich verstopfen sollte.

Greiner & Friedrichs, Stützerbach.

### Zur Aluminiumbestimmung im Handels-Aluminium.

Durch ein Versehen des Verf. unterblieb S. 20 d. Z.<sup>1)</sup> die Angabe, dass bei genauen Aluminiumbestimmungen der nach der angegebenen Methode erhaltene und gewogene Thonerdeniederschlag zur Bestimmung der mitgefällten Kieselsäure mit Kaliumbisulfat geschmolzen werden muss.

Wollte man die gesammte, in besonderer Portion bestimmte Kieselsäure in Abzug bringen, so würde man zu wenig Aluminium erhalten, da durch Ammonsalze nicht die ganze Kieselsäuremenge ausgefällt wird.

F. Regelsberger.

### Hüttenwesen.

Internationale Normalproben für die Untersuchung von Eisen und Stahl. J. W. Langley (nach gef. eing. Sonderabdruck) machte i. J. 1888 den Vorschlag,

<sup>1)</sup> Das. Z. 1 muss es heißen (d. Z. 1890, 710) statt (d. Z. 1889, 710).

eine Reihe von Stahlproben mit möglichster Genauigkeit zu analysiren, damit dieselben als Normale bei wissenschaftlichen und technischen Analysen dienen könnten; diese Normalproben würden dann den analytischen Methoden gegenüber etwa dieselbe Stellung einnehmen, wie etwa Normalmeter und Normalgramm in den mechanischen Gewerben. Dieser Vorschlag fand allseitige Zustimmung; Ausschüsse wurden zu obigem Zwecke in Amerika, Deutschland, Frankreich und Schweden gebildet, um das Probematerial in Empfang zu nehmen und die nothwendigen Analysen zu veranlassen. In England wurde der Ausschuss von der British Association gewählt; diese entwarf für England einen Arbeitsplan, über welchen Näheres in the Transaction of the British Association zu finden ist. Langley erhielt den Auftrag, die nöthigen Proben herzustellen. Das amerikanische Comité hielt seine erste Sitzung in Washington den 19. Februar 1890; man kam bezüglich des Kohlenstoffes zu dem Schluss, dass, da über die Bestimmung von Kohlenstoff in Eisen und Stahl so viele Widersprüche und Meinungsverschiedenheit herrschten, es nothwendig sei, die Methoden einem eingehenden Studium zu unterwerfen. Zu diesem Zwecke wurden besondere Proben hergestellt. Ein aus einem Tiegel gegossenes Blöckchen Werkzeugstahl wurde in 2 Theile getheilt; der eine Theil blieb unbearbeitet, der zweite wurde zu einer dünnen Stange ausgeschmiedet. Von beiden wurden Drehspäne genommen, welche nach dem Absieben des Staubes gründlich vermischelt wurden.

Der Ausschuss beschloss, zunächst folgende Punkte zu behandeln:

1. Die beste Methode zur Verbrennung von abgeschiedenem Kohlenstoff im Sauerstoffstrom.
2. Die beste Methode zur Verbrennung des Kohlenstoffes in einer Flüssigkeit.
3. Der Einfluss des Lösungsmittels auf die Menge und die Art der Abscheidung des Kohlenstoffes.

Der zur Sauerstoffverbrennung benutzte Apparat bestand aus einem gewöhnlichen Verbrennungsofen und einem Porzellanrohr, welches in dem vorderen Ende mit granulirtem porösen Kupferoxyd und vor diesem mit einer Silberspirale versehen war. Der Sauerstoff wurde zum Zweck der Reinigung durch ein kupfernes Rohr, welches mehrere Spiralen enthielt, hierauf durch Kalilauge und Chlorcalcium geleitet. Die aus dem Verbrennungsrohr tretenden Gase treten zuerst in eine Lösung von 0,5 g Silbersulfat in 5 cc Wasser. Der Kaliapparat war mit einem kleinen Chlorcalciumrohr versehen. Der ausgeschie-

dene Kohlenstoff wurde durch Asbest abfiltrirt und bei etwa 90° getrocknet.

Bei den Vorversuchen für die Sauerstoffverbrennung, bei welchen der Kohlenstoff mit Kupferammoniumchlorid ausgeschieden wurde, erhielt Dudley als Durchschnitt von je vier Verbrennungen von ungehämmertem und gehämmertem Stahl 1,058, bez. 1,053 Proc. Kohlenstoff. Blair fand mit einer, mit Ammoniak bis zur Trübung versetzten Doppelchloridlösung als Durchschnitt von je vier Verbrennungen: 1,014 bez. 1,022 Proc. Bei Ansäuerung von 200 cc der Chloridlösung mit bis zu 40 cc concentrirter Salzsäure erhielt er für ungehämmerten Stahl 1,048 Proc., für gehämmerten Stahl 1,046 Proc. Kohlenstoff. Eine Controllverbrennung mit reinem Zucker, wobei er 42,05 und 42,14 Proc. Kohlenstoff erhielt (die Theorie verlangt 42,11 Proc.), ergab, dass der Verbrennungsapparat tadellos arbeitete. Da die Möglichkeit vorlag, dass das etwa in dem Kohlenstoff vorhandene Ammoniumsalz bei der Verbrennung Stickoxyde liefern konnte, so wurden Versuche mit Kupferkaliumchlorid gemacht, welche aber keine Abweichungen von den vorher erhaltenen Zahlen zeigten. Blair nimmt nun an, dass eine neutrale oder schwach alkalische Lösung des Doppelchlorids einen kleinen Theil des Kohlenstoffs in Lösung bringe und somit denselben der Verbrennung entziehe und dass die Säure diese lösende Wirkung aufhebt. Sowohl Dudley wie Langley fanden die Versuche Blair's bestätigt. Shimer erhielt bei Anwendung einer neutralen Lösung des Doppelchlorids 1,055 Proc. für ungehämmerten und 1,052 Proc. für gehämmerten Stahl.

Zur Verbrennung auf nassem Wege wurde ein Kolben von etwa 220 cc Inhalt benutzt. Derselbe war mit einem eingeschliffenen Pfropfen versehen, durch welchen ein mit Glashahn versehenes Trichterrohr und ein mit Kühler versehenes Ableitungsrohr führte. Der Absorptionsapparat hatte folgende Theile: Ein Rohr mit Bimstein und wasserfreiem Kupfersulfat, eine kleine Waschflasche mit sog. Pyrolösung, eine Lösung von Silbersulfat, concentrirte Schwefelsäure, ein im Vorderende mit angefeuchtem Wattepfropfen versehenes Calciumrohr, zur Absorption ein Liebig'scher Apparat und ein U-Rohr, halb mit festem Kalihydrat und halb mit Chlorcalcium gefüllt, ein Chlorcalciumschutzrohr und ein Aspirator. Zur Verbrennung schied man den Kohlenstoff aus 3 g Stahl durch 150 cc Kupferammoniumchlorid und 10 cc Salzsäure ab. Die Verbrennungsflüssigkeit bestand aus 100 cc einer durch Auflösung von 10,5 g Chromsäure in

66 cc Wasser und Zufügen von 210 cc concentrirter Schwefelsäure erhaltenen Lösung.

Die Waschflaschen waren bei den ersten Verbrennungen mit Pyrolösung noch nicht eingefügt. Bei Anwendung von ungehämmertem Stahl erhielt man 1,040 und 1,145 Proc. Kohlenstoff. Der Verdacht der Veranlassung dieser Unregelmässigkeiten fiel auf die Chlorverbindungen, welche der Kohlenstoff hartnäckig zurückhält. Durch eingehende Versuche wurde festgestellt, 1. dass das wasserfreie Kupfersulfat nur dann die Salzsäure vollkommen zurückzuhalten vermag, wenn es in verhältnissmässig grossen Mengen und frisch bereitet angewandt wird; 2. dass kleine Mengen Feuchtigkeit seine Aufnahmefähigkeit bedeutend beeinträchtigen. Schaltet man aber hinter dem Kupfersulfat noch eine Lösung von Silbersulfat ein, so werden die Salzsäuredämpfe vollständig zurückgehalten. Trotzdem ergaben blinde Versuche unter Zusatz von etwas Chlornatrium immer eine Gewichtszunahme des Kaliapparates. Diese Zunahme muss der Chlorchromsäure oder den Oxyden des Chlors, welche das Kupfer- und das Silbersulfat nicht zurückhält, zugeschrieben werden. Als bestes Absorptionsmittel für diese Chlorverbindungen erwies sich eine wie folgt zusammengesetzte Flüssigkeit: 0,2 g Pyrogallussäure, 5 g Kaliumoxalat, 3 g Chlornatrium und 0,2 g Schwefelsäure, zu 20 cc gelöst. Die beiden ersten Theile wirken als Reductionsmittel; die Schwefelsäure hält die Lösung sauer, und das Kochsalz dient zur Verringerung der Löslichkeit der Kohlensäure. Mit dieser Flüssigkeit angestellte Versuche ergaben, dass ein Zusatz von Chlornatrium nunmehr keine Gewichtszunahme in dem Kaliapparat verursache. Benutzt man die Pyroflüssigkeit, so wird das Kupfersulfatrohr überflüssig. Hierauf angestellte Verbrennungen ergaben für den ungehämmerten Stahl 1,034 und 1,041 Proc., für den gehämmerten 1,070 und 1,075 Proc. Kohlenstoff.

Da die Möglichkeit vorlag, dass der Kohlenstoff beim Trocknen auf Asbest etwas durch Oxydation verliere, so wurden Versuche mit getrocknetem und nassem Kohlenstoffe angestellt.

Eine Reihe von Stahlsorten wurde mit Kupferammoniumchlorid behandelt; der ausgeschiedene Kohlenstoff wurde hierauf theils nass, theils (bei einer 100° nicht übersteigenden Temperatur) getrocknet verbrannt. Der Durchschnitt von 8 Verbrennungen war im ersten Falle: 1,342 Proc., im zweiten Falle 1,333 Proc. Kohlenstoff. Der Kohlenstoff von je 4 Proben gehämmerten Stahls wurde theils nass, theils nach vorhergehendem

Trocknen bei  $120^{\circ}$  verbrannt. Der Gehalt an Kohlenstoff betrug im Durchschnitt 1,058, bez. 1,025 Proc. Somit erwies sich ein Trocknen von über  $100^{\circ}$  als nachtheilig, von unter  $100^{\circ}$  als ohne bemerkenswerthen Einfluss.

Über die Abscheidung des Kohlenstoffes sind zahlreiche Versuche angestellt worden, welche ergaben, dass alle Kohlenstoffbestimmungen, welche mit Hülfe von Kupferammoniumchlorid ausgeführt wurden, als ungenau anzusehen sind. Als Lösungsflüssigkeit wurde zuerst eine aus käuflichem Kupferchlorid und Chlorammonium hergestellte Lösung, welche mit Ammoniak bis zum bleibenden Niederschlage versetzt war, benutzt. Nach dem Absetzen des Niederschlages wurde die Flüssigkeit gegläht und durch Asbest filtrirt. Diese Flüssigkeit, deren Bestandtheile nicht durch Umkrystallisierung gereinigt worden waren, wurde mit A bezeichnet; eine zweite Lösung, B, wurde aus fertig krystallisiertem Doppelchlorid hergestellt. Bei Anwendung der Lösung A wurde als Mittel aus drei Versuchen 1,106 Proc. Kohlenstoff erhalten, bei Anwendung der Lösung B unter Benutzung von 200 cc Lösung und 10 cc Salzsäure als Mittel aus vier Verbrennungen 1,065 Proc., somit im letzteren Falle 0,04 Proc. Kohlenstoff weniger. Entweder enthielt somit das Kupferammoniumchlorid A eine kohlenstoffhaltige Substanz oder aber die Lösung B vermochte einen Theil des Kohlenstoffes in Lösung zu bringen.

Aus einer Reihe von Versuchen, welche zur Klarstellung dieser Frage unternommen wurden, ergab sich zunächst, dass durch zweimaliges Umkrystallisiren des Salzes seine Reinigung erzielt wurde; denn Verbrennungen, mit Hülfe des zweimal umkrystallisierten Salzes vorgenommen, ergaben im Durchschnitt einen um 0,090 Proc. niedrigeren Kohlenstoffgehalt. Somit scheint die Handelswaare gewisse Mengen Cellulose in Lösung zu halten, welche durch Umkrystallisiren theilweise entfernt werden kann. Über die Löslichkeit des Kohlenstoffes in dem Kupferammoniumchlorid sind bis jetzt keine Versuche angestellt worden.

Ausserdem wurden Versuche angestellt, um den Kohlenstoff aus dem Stahl mit anderen Lösungen abzuscheiden. Versuche mit Kupfersulfat ergaben aber unsichere Resultate, da es nicht möglich war, sich von der vollkommenen Lösung des Stahles zu überzeugen. Wurde das Kupfersulfat mit etwas Salzsäure versetzt, so erfolgte die Lösung bedeutend schneller, jedoch wurde hierbei etwas Gas entwickelt. Versuche mit Chlorsilber und Wasser misslangen ebenfalls;

Versuche, den Stahl direct mit Chromschwefelsäure zu verbrennen, ergaben nur 0,790 Proc. Kohlenstoff, der Rest des Kohlenstoffes war somit in anderer Form als Kohlensäure entwichen.

Die Schlussfolgerungen sind nicht als von der Commission, sondern als von den mit den Arbeiten betrauten Mitgliedern ausgehend zu betrachten.

1. Die Verbrennung des Kohlenstoffes im Porzellanrohr im Sauerstoffstrom gibt unter Beobachtung der angegebenen Vorsichtsmassregeln sichtlich genaue Resultate.

2. Sollte der Kohlenstoff Chlor enthalten, so ist die Anwendung einer Silberspirale im Verbrennungsrohr angezeigt; ebenso nothwendig ist es, eine Silberlösung, am besten Silbersulfat, einzuschalten.

3. Die Chromschwefelsäure vermag den Kohlenstoff vollständig zu verbrennen. Ist hierbei Chlor vorhanden, so ist die Anwendung eines Reductionsmittels, am besten Pyrogallussäure und Kaliumoxalat mit nachfolgender Silberlösung nothwendig. Bei Benutzung dieser Vorsichtsmassregeln gibt diese Methode genaue Resultate.

4. Der Zusatz von kleinen Mengen Salzsäure zu der Lösung des Kupferammoniumchlorids gibt ohne Ausnahme höhere Zahlen, als wenn eine neutrale Lösung angewandt wird.

5. Der Ersatz des Chlorammoniums durch Chlorkalium bietet keine weiteren Vortheile.

6. Das wichtigste Ergebniss dieser Untersuchungen ist die Entdeckung der ungleichmässigen Einwirkungen des Kupferammoniumchlorids. Diese Entdeckung lässt alle mit Kupferammoniumchlorid ausgeführten Analysen als zweifelhaft erscheinen, da je nach den Umständen mit dieser Methode von demselben Stahl Zahlen zwischen 1,016 und 1,150 erhalten wurden. Bei demselben Säuregehalt hängt die gefundene Kohlenstoffmenge von der Art der Herstellung und der Anzahl der Umkrystallisierungen ab.

7. Kohlenstoff, welcher mittels Kupferchlorammonium abgeschieden ist, scheint beim Trocknen unter  $100^{\circ}$  nichts zu verlieren, bei stärkerem Erhitzen jedoch Verlust zu erleiden.

Die dem Ausschusse infolge dieser Endergebnisse vorliegenden Aufgaben lassen sich wie folgt zusammenfassen:

1. Bestimmungen von Kohlenstoff im Stahl mittels eines unmittelbaren Verfahrens, welches den Gebrauch von Doppelchlorid ausschliesst, z. B. unmittelbare Verbrennung des fein zertheilten Metalls in Sauerstoff oder Chromsäure, oder auch Schmelzen mit

einer Mischung von Kaliumbisulfat und Bichromat.

2. Die Bestimmung, ob eine alkalische oder neutrale Lösung von Kupferammoniumchlorid etwas von dem Kohlenstoff aufzulösen vermag und somit zu niedrige Ergebnisse veranlasst.

3. Die Bestimmung, ob der Zusatz von Säure das Lösungsvermögen des Doppelchlorids aufhebt oder ob die Säure nicht die Ausscheidung der vorhandenen organischen Substanz befördert und somit zu hohen Zahlen Anlass gibt.

4. Die Bestimmungen des Einflusses der wiederholten Umkrystallisierung des Doppelchlorids auf die Menge des Kohlenstoffes. —

(Die Unzuverlässigkeit der Kupferammoniumchloridmethode ist hierzulande längst bekannt. Die Ursachen derselben findet A. Brand (Stahleisen 1887 S. 173) in der bei der Auflösung des Stahles (sei es in alkalischer oder neutraler Lösung) immer auftretenden Kohlenwasserstoffentwicklung. Die hierdurch herbeigeführten Fehler sind so gross, dass diese Methode bei niedrigem Kohlenstoffgehalt vollständig versagt.

Auffallend ist auch, dass soviel Mühe und Arbeit verwendet wurde, da wir in der alten Wöhler'schen Chlormethode und in der Oxydationsmethode mit Chromschwefelsäure unter gewissen gegebenen Bedingungen Methoden zur Kohlenstoffbestimmung besitzen, die allen Ansprüchen an Normalmethoden genügen. v. R.)

Adams-Verfahren zur Herstellung von Stahl (Amer. Manuf. 1890 No. 14). Das in Amerika beim Herstellen von Flammofenstahl gebräuchliche Erzverfahren erleidet durch den Adams-Process insoweit eine Abänderung, als das Erz, statt unmittelbar dem geschmolzenen Roheisen zugesetzt zu werden, erst eine Reduction erfährt und in Form von Eisenschwamm dem Bade zugeführt wird. Zu diesem Zwecke wird das Erz in Schachtöfen mit Generatorgas behandelt und der gebildete Eisenschwamm unmittelbar in den Flammofen gezogen. Die durch die Anlage und Bedienung der Schachtöfen entstehenden Mehrkosten sollen durch die Möglichkeit, 18 statt 12 Hitzten in der Woche auszuführen, reichlich aufgewogen werden. Da der in den Schachtöfen gewonnene Eisenschwamm billiger zu stehen kommt als Roheisen, so ist es natürlich vortheilhaft, möglichst viel Eisenschwamm und möglichst wenig Roheisen zu verwenden. Da die Versuche mit diesem Verfahren in „The Black Diamond Works“ bei Pittsburgh erst seit kurzer Zeit im Gange sind, so hat man

noch nicht genügende Erfahrungen sammeln können. Bis jetzt ist ohne Anstand mit 2 Th. Eisenschwamm auf 1 Th. Roheisen gearbeitet worden. Da aber der Eisenschwamm, der in den Flammöfen hellrothglühend gelangt, sich in dem Bade sehr schnell auflöst, und ein Bad, welches viel schmiedbares Eisen bekommen hat, sich viel schneller entkohlen lässt, als ein Bad mit viel Roheisen, so ist es wahrscheinlich, dass das Verhältniss des Eisenschwammes zum Roheisen sich noch viel günstiger gestalten lässt.

Der Apparat besteht aus einem in vier Kammern getheilten Schachtofen, der auf dem Flammofen gebaut ist. Jede der Kammern kann für sich bedient werden. Das glühende Generatorgas kommt in Berührung mit den Erzstücken, reducirt diese, verlässt die Kammer, um mit Luft gemischt in einer zweiten Kammer zu verbrennen und diese zu erhitzen. Durch das Gewölbe des Flammofens fällt der Schwamm in das Bad. Die zur Reduction nöthige Zeit ist für einen 18 t-Flammofen bei Anwendung von dichtem, rothem Hämatit etwa eine Stunde. Der Abbrand ist beim Benutzen von Eisenschwamm naturgemäss grösser als bei der Benutzung von Roheisen. Das Werk gibt aber an, dass, wenn das Roheisen nicht weniger als  $\frac{1}{4}$  des Bades ausmacht, der Abbrand unter 12,5 Proc. bleibt. Zu Gunsten dieses Verfahrens wird dem gewöhnlichen Flammofenprocess gegenüber für Qualitätsstahl eine Ersparniss von 44 Proc., für gewöhnlichen weichen Stahl 31 Proc. und für Secundastahl 20 Proc. angeführt.

Dem gewöhnlichen Bessemerprocess gegenüber berechnen sich die Minderkosten des Adams'schen Verfahrens auf 21 Proc.

Über das Verhältniss des fertigen Stahls zu dem Rohmaterial liegen verschiedene Angaben vor, welche aber wegen der Kürze der Versuchszeit noch ziemlich unvollständig sind. Über das Verhalten des Schwefels lassen sich noch keine Schlüsse ziehen. Die Phosphorsäure des Erzes bleibt bei der niedrigen Reductionstemperatur unverändert und gelangt als solche in das Bad, wo sie von der Schlacke aufgenommen wird. Bleibt die Schlacke auf dem Bade stehen, so geht die Phosphorsäure durch Reduction allmählich in den Stahl über. Die Aufnahme von Phosphor hängt somit direct von der Schnelligkeit und Vollständigkeit ab, mit welcher die Schlacke entfernt wird. So war bei einer gut geleiteten Hitze von gleichen Theilen Roheisen und Eisenschwamm der Gehalt des Stahles an Phosphor 0,055 Proc. Das Roheisen hielt 0,100 Proc. Phosphor und der

Eisenschwamm 0,180. Sonst waren aus dem Eisenschwamm nur 0,005 Proc. Phosphor in den Stahl übergegangen und 0,175 Proc. Phosphor mit der Schlacke entfernt worden. Eine schlecht geleitete Hitze gab unter ungefähr denselben Verhältnissen einen Stahl mit 0,123 Proc. Phosphor. Bei noch niedrigerem Phosphorgehalt der Mischung zeigte z. B. bei einem Gehalt der Mischung von 0,052 Proc. Phosphor der Stahl 0,042 Proc. Phosphor und bei 0,048 Proc. Phosphor in der Mischung 0,032 Proc. Phosphor im Stahl.

Über die Einwirkung von Phosphor, Schwefel, Silicium und Kohlenstoff liegen verschiedene Versuche vor, welche darauf hindeuten, dass dieser Stahl mehr Phosphor und Schwefel vertragen kann, als andere Flusstahlsorten. So wird angeführt, dass ein Stahl mit 0,237 Proc. Schwefel keine Spur von Rothbrüchigkeit zeigte. Ein Stahl mit 0,13 Proc. Kohlenstoff, 0,055 Proc. Silicium, 0,60 Proc. Mangan, 0,117 Proc. Phosphor und 0,093 Proc. Schwefel gab eine Zerreissfestigkeit von 42,1 Proc., eine Elastizitätsgrenze von 25,3 k/qc, eine Dehnung von 25 Proc. auf 200 mm und eine Flächenverminderung von 52 Proc. Ein zweiter mit 0,16 Proc. Kohlenstoff, 0,92 Proc. Mangan, 0,085 Proc. Phosphor und 0,075 Proc. Schwefel gab eine Zerreissfestigkeit von 45,3 k, eine Elastizitätsgrenze von 25,7 k, eine Dehnung von 23,3 Proc. und eine Flächenverminderung von 50,3 Proc., eine dritte Probe mit 0,21 Proc. Kohlenstoff, 0,98 Proc. Mangan, 0,114 Proc. Phosphor und 0,08 Proc. Schwefel gab 47 k Zerreissfestigkeit, 29,8 k Elastizitätsgrenze und 20,71 Proc. Dehnung. v.R.

Ferroaluminium. C. A. Faure (D.R.P. No. 55 096) leitet über ein rothglühendes Gemisch von Bauxit und Kohle Dämpfe von Eisenchlorid. Das erhaltene Gemenge von Chloraluminium mit Eisenchlorür soll wieder als Dampf über rothglühende Eisenspäne geleitet werden. Dabei soll sich Eisenchlorür und Ferroaluminium bilden, welches abtropft, während Eisenchlorür in passender Vorlage aufgefangen wird. Das Eisenchlorür wird erhitzt und ein Luftstrom eingeleitet; Eisenoxyd bleibt zurück, während Eisenchlorid als Dampf entweicht und wieder in der angegebenen Weise verwendet wird.

Statt Eisenchlorid soll man auch die Chloride von Kupfer, Nickel, Kobalt, Antimon, Wismuth und Arsen verwenden können.

Schieber an den Austrittsöffnungen für die abströmenden Gase in Wärmespeichern empfiehlt L. Metz (D.R.P. No. 53 563), um eine gleichmässige Wärme-

vertheilung zu erzielen. Er hat gefunden, dass in Wärmespeichern nach Cowper, Siemens und Whitwell die Gase die Neigung haben, insbesondere immer nur durch

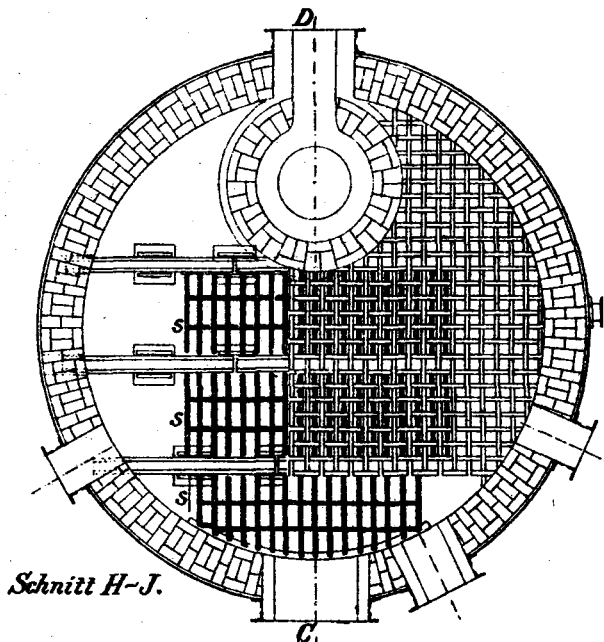
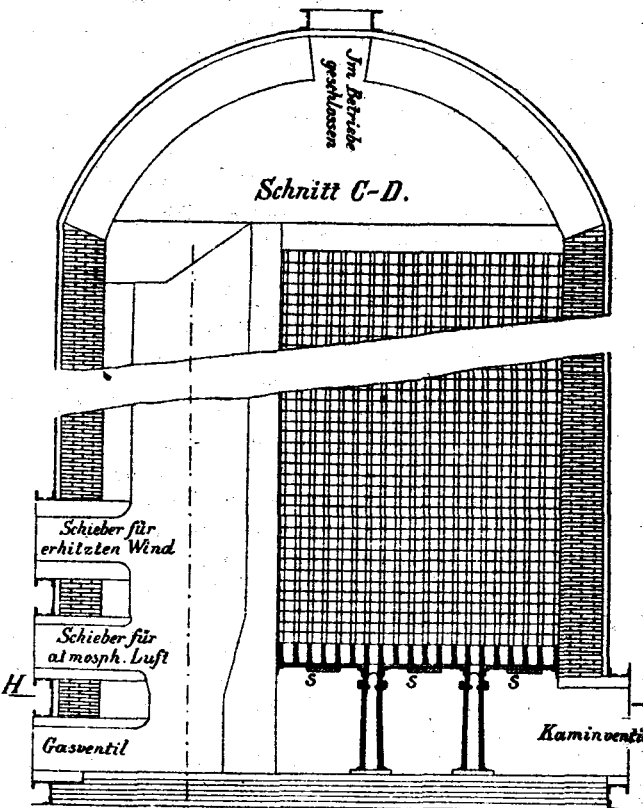


Fig. 52 und 53.

die mittleren Kanäle zu streichen, d. h. den kürzesten Weg nach der Esse zu nehmen und die Seitenkanäle mehr oder weniger

unberührt zu lassen, während hingegen die unter Druck stehende Luft durch alle Kanäle gehen muss. Es sollen daher durch Schieber S (Fig. 52 u. 53) die Widerstände in den einzelnen Kanälen möglichst gleich gemacht werden. Das Stellen der Schieber geschieht durch Zugstangen Z, welche mittels Stopfbüchsen durch die Wand nach aussen geführt werden.

Verfahren zur Abscheidung des Schwefels aus Eisen des Hörder Bergwerks- und Hütten-Vereins (D.R.P. No. 54 976). Wenn man Schwefeleisen mit Manganeisen zusammenschmilzt oder das geschmolzene Schwefeleisen mit flüssigem Manganeisen versetzt, so scheidet sich sämtlicher Schwefel als Mangansulfid in Form von Schlacke ab und es bleibt schwefelfreies Eisen. Dasselbe Ergebniss erhält man, wenn man flüssiges schwefelhaltiges Eisen mit heissflüssigem, manganhaltigem Eisen versetzt. Versuche ergaben, dass das so behandelte Eisen nur noch bis 0,01 Proc. Schwefel enthielt. Die abgeschiedene Mangansulfidschlacke enthielt bis zu 20 Proc. und mehr Schwefel und bis zu 50 Proc. und mehr Mangan. Wird die abgeschiedene Mangansulfidschlacke mit Kalkstein versetzt und reducirendem Schmelzen unterworfen, so erhält man Manganeisen, welches wieder zur Schwefelabscheidung verwendet werden kann. Bei der Abscheidung des Schwefels als Mangansulfid aus dem Eisen ist es nöthig, dass das Bad hinreichend lange warmflüssig bleibt oder durch eine besondere Heizvorrichtung heissflüssig erhalten wird, um die vollständige Abscheidung des Mangansulfids zu ermöglichen.

In einem besonderen Behälter wird das schwefelhaltige Eisen in erzeugungsflüssigem oder ungeschmolzenem Zustande mit so viel heissflüssigem Manganeisen versetzt, wie dem vorhandenen Schwefel entspricht. Die Menge des zuzusetzenden Manganeisens richtet sich auch nach dem zu erreichenden Entschwefelungsgrade und muss von Fall zu Fall bemessen werden. Als Behälter eignet sich am besten ein solcher nach Art einer Bessemerbirne ohne Düsen im Boden. In den angewärmten Behälter wird das flüssige schwefelhaltige Eisen und das heissflüssige Manganeisen eingelassen. Nach einigem Stehen hat das Eisenbad das Mangansulfid vollständig ausgestossen, welches als Schlacke entfernt werden kann.

Das Verfahren eignet sich besonders für schwefelhaltiges Thomas-Eisen.

Zinkentsilberung. H. Rössler und B. Edelmann (Bergh. Ztg. 1890 S. 429)

fanden, dass das d. Z. 1890 S. 622 besprochene Verfahren für reines Silberblei sich recht gut machte, dass die Sache aber bei gewöhnlichem, Kupfer, Arsen und Antimon haltigem Blei sich weit schwieriger gestaltete.

Die Oxydation beim Einrühren des Zinkes in das heisse Blei nahm hier ausserordentlich zu, und an Stelle von zusammenschmelzbaren ersten Abhüben bekam man schaumige Massen, welche sich nur wenig von dem gewöhnlichen Zinkschaum unterschieden. Dabei waren die Temperaturen nicht genau einzuhalten. Um nicht gar zu grosse Schaumengen abzuschöpfen, wurde etwas heisser gemacht und dadurch wieder Silber mit in das Blei zurückgeführt, wie folgende Tabelle (gekürzt) über Versuchsarbeiten im grossen Maassstabe zeigt, welche auf der Entsilberungsanstalt zu Hoboken bei Antwerpen mit je 15 t für jede Kesselfüllung ausgeführt wurden.

Silbergehalt des Bleies für d. t in g	Silbergehalt des Bleies nach dem 1. Abhube	Silbergehalt des Bleies nach dem 2. Abhube	Silbergehalt des Bleies nach dem 3. Abhube	Silbergehalt des Bleies nach dem 4. Abhube
1730	1025	2350	25	4
1715	1940	60	80	3
1690	2350	1500	50	3
1725	2200	1350	90	3
1725	2430	2420	550	4
1725	2600	1660	420	3
1700	2840	2600	920	4
1695	2250	7880	260	4
1725	2720	7040	760	3
1650	2800	2780	2280	4
1677	2960	1150	400	4
1712	2600	2000	750	4
1685	2060	1900	1350	4
1710	2040	1900	1150	5

Wie man sieht, ist oft noch nach der zweiten und manchmal sogar nach der dritten Behandlung der Silbergehalt höher als zu Anfang. Es wird dadurch eine unverhältnissmässig grosse Menge Silber in den Abhüben herumgeschleppt, ja es sind Fälle vorgekommen, wo in dritten Abhüben fast so viel Silber als Zink gewesen sein muss. Diese kamen als zweiter Zusatz wieder in das Blei und konnten hier natürlich nicht nur kein Silber mehr aufnehmen, sondern mussten, wenn die Temperatur höher wurde, Zink und Silber zugleich abgeben, wobei dann das Blei silberreicher anstatt silberärmer geworden ist. Das Gewicht der ersten Abhübe von der ganzen Versuchsreihe betrug 9 Proc. vom Bleigewicht; der Durchschnittsgehalt war 1,7 Proc. Silber. Beim Saigern ging das Gewicht auf 5 Proc. zurück, während der Gehalt auf etwa 3 Proc. Silber stieg. Ein wesentlicher Vorthail gegenüber der gewöhnlichen Entsilberungsarbeit war

also bei der Arbeit im Grossen mit Werkblei des Handels nicht erzielt worden.

Aluminium zeigt eine schützende Wirkung bei Entsilberung von reinem Blei, sogar bei dem Gehalt von 0,1 Proc. auf das angewandte Zink, aber bei gewöhnlichem, durch andere Metalle verunreinigtem Silberblei versagt diese Wirkung, wenn man nicht einen hohen Procentsatz von Aluminium einführt.

Wenn man Zink bei niederer Temperatur, nur ganz wenig über dem Zinkschmelzpunkte, in Silberblei trägt, so werden trotz sorgfältigsten Rührens nur wenige Zehntel Procent gelöst, und ist an eine Entsilberung natürlich nicht zu denken. Wohl aber kann man reines Silberblei mit 150 g Silber auf 100 k mit 1,5 Proc. Zink jedesmal vollständig entsilbern, wenn man letzteres allmählich geschmolzen in rothglühendes Blei einträgt, nur kurz umrührt und dann allmählich erkalten lässt. Wohl befördert die höhere Temperatur an und für sich die Oxydation, aber das rothglühende Blei nimmt dafür auch das Zink ohne viel Umrühren äusserst begierig auf, während man bei weniger hoher Temperatur lange Zeit umrühren muss; und gerade beim Umrühren entstehen fortgesetzt neue Oxydhäutchen, die den stark oxydirten Schaum bilden. Wendet man dabei aluminiumhaltiges Zink an, so kann man die Oxydation fast ganz vermeiden. Wenn man aber unreines, besonders kupferhaltiges Blei rothglühend macht und aluminiumhaltiges Zink einrührt, so kann man eine starke Oxydation nicht abhalten; es lässt sich dann auch durchaus nicht das ganze Zink auflösen, sondern ein grosser Theil desselben bildet gleich von Anfang an oxydirten Schaum, und die Entsilberung gelingt nicht vollständig. Das Kupfer frisst eben nicht allein Zink, sondern es befördert auch die Oxydation ungemein. Ein mässiger Aluminiumgehalt im Zinke versagt eine günstige Wirkung. Wenn man aber durch einen kleinen Zinkzusatz vorher das Kupfer entfernt, so gelingt es eher, auch dieses verunreinigte Silberblei mit Zink zu sättigen und dann auch vollständig zu entsilbern.

Durch diese Versuche war nachgewiesen, dass man reines Werkblei oder solches, welches wenigstens von seinem Kupfergehalte durch vorheriges Einrühren von etwas Zink befreit worden war, dadurch, dass man die gewöhnlich angewandte Zinkmenge in das rothglühende Blei unter möglichster Vermeidung von Oxydation einrührt, mit Zink sättigen und dadurch mit einem einzigen Zusatze vollständig entsilbern kann. Hierdurch wird gegen die übliche Entsilberungs-

arbeit sehr wesentlich an Arbeit, Brennstoff und Zeit gespart. Das neue Arbeitsverfahren ist darnach:

Eingeschmolzen werden 100 Th. Blei m. 150 g Silber			
Zugegeben	1) 1,2 Th. Zink mit	150 g Silber	
	2) 1,3 - - in Abhüben m	130 - -	
	2,5 Th. Zink mit	280 g Silber	
Abgehoben	1) 0,6 Th. Zink mit	150 g Silber	
	2) 1,3 - - - - -	130 - -	(Restabh.)
Verbleibt	0,6 - - - - -	- - - -	
	2,5 Th. Zink mit	280 g Silber	

Bei Übertragung dieses Verfahrens auf unreines Werkblei hielt der erste Abhub das meiste Kupfer, aber wenig Silber; er war durch und durch oxydirt und kam beim Saigern auf kaum 2 Proc. Silber. Die Entsilberung war nicht vollkommen; ein mässiger Aluminiumgehalt im Zinke hatte gar keinen Erfolg. Entfernt man aber das bei dieser Arbeit so in hervorragender Weise schädliche Kupfer dadurch, dass man eine kleine Menge Zink einrührt und, wenn man dies bei niedrigerer Temperatur thut, heiss feuert und erst bei beginnender Rothglut abhebt, so hat man dann das Kupfer in einem kleinen silberarmen Abhube und kann gleich mit dem Zusetzen der Hauptmenge frischen Zinkes beginnen. Das Schema für die jetzige Arbeit ist darnach:

Eingeschmolzen: 100 Th. Blei mit . . . . . 150 g Silber			
Zugegeben	1) 0,3 Th. frisches Zink mit	150 g Silber	
	2) 1,0 - - - - -	130 - -	
	3) 1,3 - Zink in Restabhüben mit	130 - -	
	2,6 Th. Zink mit	280 g Silber	
Abgehoben	1) 0,2 Th. Zink mit	8 g Silber (viel Kupfer)	
	2) 0,5 - - - - -	147 - -	(Hauptabhub)
	3) 1,3 - - - - -	130 - -	(Restabhübe)
Verbleibt	0,6 - - - - -	- - - -	
	2,6 Th. Zink mit	280 g Silber	

Entsilbern von Werkblei. Nach E. Honold wird das Werkblei in dem Kessel A (Fig. 54 bis 56) eingeschmolzen, gleichzeitig wird auch Zink in die Trichteressel B und C eingeschmolzen und ein Siebboden D auf den Trichteressel B aufgesetzt, welcher mit einem durch eine Kurbel E zu drehenden Flügel F versehen ist. Das im Kessel A befindliche geschmolzene Blei wird mit einer Bleipumpe o. dgl. auf den Siebboden D gebracht, welcher dasselbe in feine Strahlen zerlegt (und durch den Flügel F noch herumgeworfen werden kann), ehe es mit dem Zink zusammentritt, durch welches es vermöge seiner specifischen Schwere durchfliesst und entsprechend der in dem Trichteressel B vorhandenen Hitze Zink aufnimmt, dann durch die seitlich an den Trichter B angegossene Röhre B<sup>1</sup> in den Kasten G abfliesst, in welchem sich das Blei etwas abkühlt, da derselbe durch die unterhalb befindliche, für den Trichteressel B bestimmte Feuerung H nur warm gehalten wird.

Durch die Abkühlung scheidet sich ein zinksilberhaltiges Blei als Zinkschaum aus,

welcher durch die im Kasten *G* angebrachte Wand *J* zurückgehalten wird, während das Blei in den direct durch die Feuerung *K* geheizten Kasten *L* abläuft, darin erwärmt wird und in den durch dieselbe Feuerung *K* geheizten, mit Zink beschickten Trichterkessel *C* fließt, in welchem es wieder so viel Zink aufnehmen kann, als es in dem Kasten *G* als Zinkschaum zurückgelassen hatte. Aus diesem mit einem angegossenen Seitenrohr *c*

ner Salpetersäure (spec. Gew. 1,42) gelöst und auf dem Wasserbad zur Trockne verdampft, der Rückstand wird mit 400 cc Salpetersäure aufgenommen und wenn nöthig filtrirt. Das Filtrat wird auf 800 cc aufgefüllt und auf 70° erhitzt, dann wird 1 cc Salzsäure hinzugefügt, die Lösung gut umgerührt und 12 Stunden lang an einen dunklen Platz gestellt. Die klare Flüssigkeit wird nun von dem etwaigen Silberchlorid-

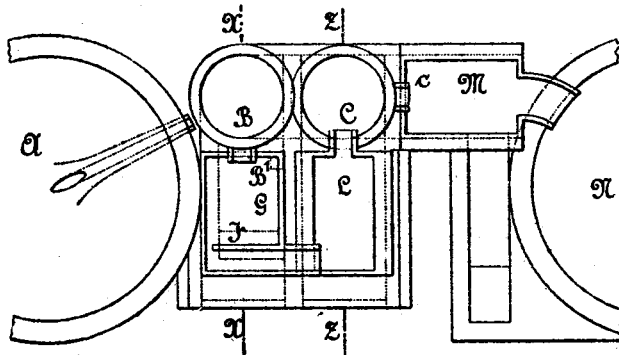


Fig. 52.

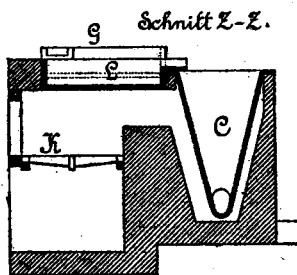


Fig. 54.

versehenen Kessel *C* läuft das Blei in den ungeheizten Kasten *M*, in welchem es durch die Abkühlung wieder zinksilberhaltiges Blei als Zinkschaum ausscheidet, welcher weggeschafft wird, und gelangt endlich entsilbert in den mit dem Kessel *A* in einer Ebene liegenden Kessel *N*, in welchem es gedämpft wird, um es auch vollständig von Zink zu befreien. Es ist vortheilhaft, auf das in den Trichtern eingeschmolzene Zink fein gemahlene Koks o. dergl. zu werfen, wodurch der Oxydation des Zinks vorgebeugt wird, und die Oxydationsschicht, welche sich auf der Oberfläche der Bleistrahlen bildet, wird damit zurückgehalten, ehe dieselben mit dem Zink zusammentreten.

Zur Bestimmung des Schwefels in Kupfer ist nach J. Phillips (Chem. N. 62 S. 239) die Fällung aus salpetersaurer Lösung infolge der Löslichkeit des schwefelsauren Baryums in Kupfernitrat unzuverlässlich.

Es werden daher 10 g der Probe in rei-

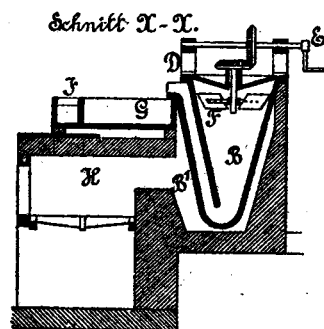


Fig. 53.

niederschläge abgegossen, schliesslich filtrirt, der Niederschlag ausgewaschen und das Silber bestimmt. Das Filtrat wird jetzt fast zur Trockne verdampft, dann werden 50 cc Salzsäure (1,16 spec. Gew.) hinzugefügt und endlich wird das Abdampfen bis zur Trockne fortgesetzt. Der Rückstand wird in 300 cc Salzsäure gelöst, die Lösung auf 700 cc aufgefüllt, zum Kochen erhitzt und 2 cc Chlorbaryumlösung hinzugefügt, umgerührt und dann 24 Stunden sich selbst überlassen. Das Baryumsulfat wird dann abfiltrirt und in der üblichen Weise weiter behandelt. Etwaiger im ersten Rückstand enthaltener Schwefel wird auch bestimmt und der Gesamtmenge zugefügt. Sch.

Zur Bestimmung von Zinn und Antimon wird nach H. N. Warren (Chem. News 62 S. 216) die fein gepulverte Probe mit etwa der zehnfachen Menge einer Mischung von gleichen Theilen Soda und Borax in einem Nickeltiegel bei heller Rothglut geschmolzen. Die Schmelze wird in verdünnter Salzsäure aufgelöst, die Lösung in einem Maasskolben bis zur Marke verdünnt. Ein bestimmter Theil der Lösung wird hierauf mit Schwefelwasserstoff gesättigt und die ausgeschiedenen Schwefelmetalle durch Baumwolle abfiltrirt. Die Schwefelmetalle sammt der Baumwolle werden in conc. Natronlauge einige Minuten lang gekocht, wobei Natriumsulfostannat und -antimoniat entstehen. Das Unlösliche wird wieder durch Baumwolle abfiltrirt und das Filtrat in zwei Hälften getheilt. Die eine Hälfte wird mit einem



ziemlichen Überschuss an Oxalsäure versetzt und solange gekocht, bis das abgeschiedene Schwefelantimon eine rein orangerothe Farbe angenommen. Hierauf wird dasselbe abfiltrirt und bei schwacher Rothglut vorsichtig in  $\text{Sb}_2\text{O}_4$  übergeführt. Die zweite Hälfte wird mit verdünnter Salzsäure angesäuert und etwas erwärmt. Die ausgeschiedenen Sulfide werden abfiltrirt und durch Glühen in Oxyde übergeführt. Wird von dem Oxydgemisch das vorher gefundene Gewicht des  $\text{Sb}_2\text{O}_4$  abgezogen, so erhält man das Gewicht des  $\text{SnO}_2$ .

v. R.

Pyrometrische Messungen. H. M. Howe (Eng. Min. Journ. 50 S. 426) empfiehlt das Pyrometer von le Chatelier. Dasselbe beruht auf der Thatsache, dass, wenn die Berührungsstelle zweier verschiedener Metalle erwärmt wird, ein elektrischer Strom entsteht. Die Intensität des Stromes hängt bei gleichbleibendem Widerstand im Stromkreis von der elektromotorischen Kraft ab

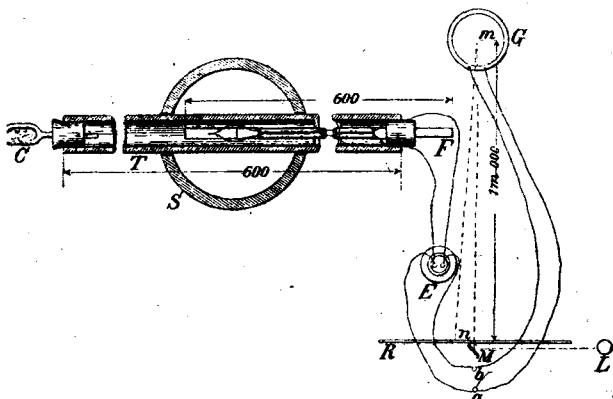


Fig. 55.

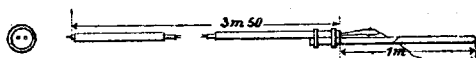


Fig. 56.

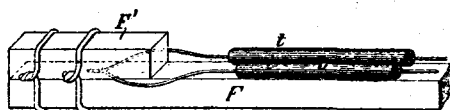


Fig. 57.

und dieser steigt mit der Temperatur. Wenn die das Paar bildenden Metalle homogen sind, so ist die elektromotorische Kraft unabhängig von der Grösse der Berührungsstelle und können ganz dünne Drähte benutzt werden. Der Stromerregere besteht aus zwei dünnen Drähten (Fig. 57 zeigt die natürliche Grösse). Der eine ist reines Platin, der andere eine Legirung von Platin mit 10 Proc. Rhodium. Durch die Benutzung so dünner Drähte und des aperiodischen Galvanometers von Deprez und

D'Arsonval wird die Temperatur sehr schnell angegeben. Schon eine Einwirkungszeit von 5 Secunden genügt. Fig. 55 und 56 zeigen einige Einzelheiten des von Osmond bei seinen Versuchen benutzten Apparates. *S* bedeutet einen kleinen Gasofen, in welchem das Rohr *T* angebracht ist. In dieses Rohr wurde der Körper, dessen Temperatur bestimmt werden sollte, gebracht, hier (Fig. 57), zwei aufeinandergelegte, mit für die Drähte ausgefeilten Rinnen versehene Stahlstücke. *E* ist ein Gefäss mit Wasser zur Kühlung der beiden äusseren Enden der Drähte. Von da aus führen Kupferdrähte nach dem Galvanometer *G*. Von der Lichtquelle *L* ausgehendes Licht wird von dem festen Spiegel *M* auf den Galvanometerspiegel *m* geworfen, von wo aus der Lichtstrahl auf die durchsichtige Skala *R* spielt. Fig. 56 zeigt eine Vorrichtung zur Bestimmung der Temperatur in Flammöfen, Bessemerbirnen u. s. w. Es muss sorgfältig vermieden werden, dass das Platin in Berührung mit dem geschmolzenen Eisen kommt, denn schon bei verhältnissmässig niedriger Temperatur legirt sich das Platin mit dem Eisen. Dies erklärt die Behauptung mehrerer Chemiker, die Temperatur des Bessemerprocesses liege über Platinschmelzhitze. Der Apparat ist nicht leicht transportabel, weshalb sich gewisse Schwierigkeiten mit seinem Gebrauch verbinden. Diese können aber dadurch vermindert werden, dass das Galvanometer in dem Laboratorium fest angebracht wird, von wo aus die Leitung nach dem betreffenden Ofen geführt wird, der ausserdem mit einem Telephon versehen sein muss. Ein Nachtheil liegt in der Nothwendigkeit, jedes einzelne Instrument besonders zu graduiren. Dieses geschieht durch Einführen des Drahtpaares in kochendes Wasser, Naphtalin und Schwefel und in schmelzendes Aluminium, Gold und Palladium. Durch diese bekannten Punkte wird die Curve gezogen und die zwischenliegenden Grade bestimmt. Es ist empfehlenswerth, wenn von Zeit zu Zeit die Skala controllirt wird. Das Pyrometer ist bei M. J. Carpentier, Paris, 20, Rue Delambre zu einem Preise von etwa 400 Mark zu haben.

Mit Hilfe dieses Pyrometers sind eine Reihe wichtiger Temperaturbestimmungen ausgeführt worden, von welchen hier einige angeführt werden mögen.

Kohlenoxyd fängt an, gefälltes Eisenoxyd zu reduciren . . . . .	141°
Kohlenoxyd fängt an, Clevelanderz zu reduciren . . . . .	199
Kohlenoxyd fängt an, Kohlenstoff abzuscheiden . . . . .	220—221
Ausgeschiedener Kohlenstoff fängt an, auf Eisenoxyd einzuwirken . . . . .	249

Kohlensäure fängt an, metallisches Eisen zu oxydiren . . . . .	299—417
Zink, Schmelzpunkt . . . . .	415
Kohlensäure fängt an weichen Koks zu oxydiren . . . . .	417
Kohlensäure fängt an, Eisenschwamm zu oxydiren . . . . .	417
Nickel, kritischer Zustand . . . . .	220—440
Kohlenstoffausscheidung, (Bell) am schnellsten zwischen . . . . .	400—450
Schwefel, Siedepunkt . . . . .	448
Aluminium, Schmelzpunkt . . . . .	625
Dissociationspunkt für Magnesit . . . . .	650
Niedrigster Härtungspunkt für Stahl mit 0,57 Proc. C zwischen . . . . .	658—698
Niederer kritischer Punkt für Eisen zwischen . . . . .	660—720
Bronze mit 20 Proc. Zinn, Schmelzpunkt . . . . .	790
Kirschrothglut . . . . .	800
Dissociationspunkt von Calcit Ca CO <sub>3</sub> . . . . .	850
Messing (62 Proc. Cu, 38 Proc. Zn), Schmelzpunkt . . . . .	880
Kobalt, kritischer Zustand um . . . . .	900
Silber, Schmelzpunkt . . . . .	945
Aluminiumbronze (10Proc. Al), Schmelzpunkt . . . . .	980
Kaliumsulfat (K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ), Schmelzpunkt . . . . .	1015
Gold, Schmelzpunkt . . . . .	1045
Oberer kritischer Punkt von Eisen um . . . . .	1050
Kupfer, Schmelzpunkt . . . . .	1054
Tiefe Gelbglut . . . . .	1100
Weisses Gusseisen m. 4 Proc. C, Schmelzpunkt . . . . .	1185
Graues Gusseisen mit 3,5 Proc. C und 1,7 Proc. Si, Schmelzpunkt . . . . .	1220
Ferronickel, 25 Proc. Ni, Schmelzpunkt . . . . .	1230
Manganstahl, 13 Proc. Mn, Schmelzpunkt . . . . .	1260
Weissglut . . . . .	1300

$$\begin{aligned} \text{Von } 0^{\circ} \text{ bis } 660^{\circ} \text{ q\%} &= 0,11012 \text{ t} + 0,0000258333 \text{ t}^2 + 0,0000000546666 \text{ t}^3 \\ - 660^{\circ} - 723^{\circ} &= 0,75803 \text{ t} - 0,00143598 \text{ t}^2 + 0,000001195 \text{ t}^3 \\ - 723^{\circ} - 1000^{\circ} &= 0,218 \text{ t} - 89 \\ - 1000^{\circ} - 1150^{\circ} &= 0,19887 \text{ t} - 23,44 \end{aligned}$$

Für reines Nickel:

$$\begin{aligned} \text{Von } 0^{\circ} \text{ bis } 230^{\circ} \text{ q\%} &= 0,10836 \text{ t} + 0,00002238 \text{ t}^2 \\ - 230^{\circ} - 400^{\circ} &= 0,183493 \text{ t} - 0,000282 \text{ t}^2 + 0,000000466666 \text{ t}^3 \\ - 400^{\circ} - 1150^{\circ} &= 0,099 \text{ t} + 0,00003375 \text{ t}^2 + 6,55. \end{aligned}$$

Stahl, 0,9 Proc. C, Schmelzpunkt . . . . .	1410
- 0,3 - - - - -	1455
- 0,1 - - - - -	1475
Palladium, Schmelzpunkt . . . . .	1500
Blendende Weissglut . . . . .	1500

#### Beobachtungen in Glashütten.

##### I. Wannen-Ofen.

Temperatur gegen Ende des Schmelzens zwischen den Wannen . . . . .	1375°
Vor den Wannen . . . . .	1275
Glas bei beendigem Schmelzen . . . . .	1310

#### Beobachtungen in Stahlwerken.

##### II. Flammofen.

Ofen nach beendigtem Einschmelzen des Roheisens . . . . .	1420°
Ofen fertig zum Abstechen . . . . .	1500
Gas aus dem Regenerator, 5 Min. nach dem Wenden . . . . .	1220
Luft aus dem Regenerator, 5 Min. nach dem Wenden . . . . .	1070

##### III. Gusstahl-Schmelsofen.

Temperatur zwischen den Tiegeln . . . . .	1600°
---	-------

#### IV. Roberts-Bessemerbirne.

Flamme, 12 Min. nach dem Anfang des Blasens, Kchlenstoff fängt an zu brennen . . . . .	1330°
Flamme, 25 Min. nach dem Anfang des Blasens, Ende der Hitze . . . . .	1580
Schmelzpunkt des fertigen Stahles . . . . .	1450

Oft wird zu Temperaturbestimmungen ein Calorimeter (d. Z. 1890, 590) benutzt. Wird hierbei ein eiserner Cylinder gebraucht, so ist zur Berechnung der Temperatur die Kenntniss der spec. Wärme des Eisens nothwendig. Nach Angabe von Pionchon ist die Wärmecapacität und mittlere spec. Wärme für reines Eisen folgende:

Temperatur Grade Celsius	W.-E. vom Eisen entwickelt, beim Abkühlen auf 0°	Mittlere spec. Wärme vom Eisen zwischen T° und 0°	W.-E. entwickelt von reinem Nickel, beim Abkühlen auf 0°
400	62,5	0,156	51
500	68,5	0,137	64,5
600	87,5	0,146	78
700	111	0,159	93
800	136	0,170	108
900	157,5	0,175	123,5
1000	179	0,179	140
1100	194	0,176	156
1200	214	0,178	173

Für zwischenliegende Temperaturen berechnet sich die entwickelte Wärmemenge für reines Eisen wie folgt:

Zu bemerken ist, dass alle diese Zahlen nur für reines Eisen und reines Nickel gelten. v. R.

#### Farbstoffe.

Verfahren zur Darstellung blauer substantiver Baumwollfarbstoffe mittels Benzoylamidonaphtolmonosulfosäure der Badischen Anilin- und Soda-fabrik (D.R.P. No. 54 662).

*Patent-Anspruch:* Verfahren zur Darstellung blauer substantiver Baumwollfarbstoffe durch Combination der Tetrazoverbindung der o-Diamidodiphenensäure oder der in der Patentschrift No. 44 779 beschriebenen Benzidinmonosulfosäure mit der Benzoylverbindung derjenigen 1.8-Amidonaphtolmonosulfosäure, welche man erhält, wenn man auf das aus 1.8-Naphtylaminsulfosäure (Erdmann, Ann. 247, 318 und Schultz, Ber. d. d. ch. Ges. 20, 3161) durch Verschmelzen mit Ätzalkalien entstehende 1.8-Amidonaphtol concentrirte Schwefelsäure bei gewöhnlicher Temperatur einwirken

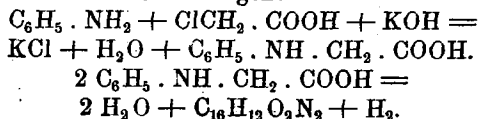
lässt, bis eine Probe, mit Soda übersättigt, sich vollkommen löst.

Zur Herstellung eines beizenfärbenden Hydrazonfarbstoffes aus Benzil wird nach Angabe der Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co. (D.R.P. No. 54777) eine Mischung von 3 k m-Phenylhydrazincarbonsäure und 2 k Benzil mit 12 l Wasser und 2 k essigsauerm Natron auf dem Wasserbade erwärmt, bis alles Benzil verschwunden ist, und darauf zum Kochen erhitzt. Die gebildete Farbstoffsäure, welche sich abscheidet, wird filtrirt und der Farbstoff in Pastenform verwendet.

*Patent-Anspruch:* Verfahren zur Darstellung eines beizenfärbenden Hydrazonfarbstoffes durch Einwirkung von 1 Mol. Benzil auf 2 Mol. der Hydrazinverbindung der m-Amidobenzoëssäure.

Indigosynthese. L. Lederer (J. pr. Ch. 42 S. 565) bemerkt, dass sein Verfahren (d. Z. 1890, 648) bereits im November 1889 von der Firma C. F. Boehringer & Söhne in Waldhof erworben sei.

Indigosynthese. A. Biedermann und R. Lepetit (Ber. deutsch. G. 1890 S. 3289) berichten über Versuche zur Indigosynthese aus Anilidoessigsäure. 1 Mol. Anilin wird mit 1 Mol. Monochloressigsäure innig zusammengerieben und dem Gemische die 3- bis 4fache Menge Ätznatron, welches mit Wasser zu einem Brei angerührt ist, zugegeben. Die Mischung wird nun in einem Kolben ziemlich rasch erhitzt, bis die Masse unter Schmelzen zunächst eine gelbe, dann eine orangerothe Farbe angenommen hat, was unter heftigem Aufschäumen und gleichzeitigem Entweichen von Wasser- und Anilindämpfen, Kohlensäure und Wasserstoff stattfindet. Bei ungenügender Wassermenge tritt auch der Geruch nach Phenylcarbylamin auf. Ist der richtige Punkt getroffen, so entfernt man rasch die Flamme und lässt die Masse erkalten; zu starkes Erhitzen sowie Luftzutritt zerstört den gebildeten Indigo unter Entstehung brauner Stoffe. An der Luft färbt sich die kalte Schmelze an den Rändern alsbald grün und blau und scheidet nach dem Auflösen und Durchleiten von Luft das Indigblau ab, welches abfiltrirt, gewaschen und getrocknet wird. Bis jetzt konnte eine Ausbeute von 9,5 Proc. nicht überschritten werden. Drückt man dieselbe durch empirische Formeln aus, so kommt man zu den Gleichungen:



Indigosynthese. K. Heumann (Ber. deutsch. G. 1890 S. 3431) bespricht die Herstellung von Indigblau mittels Anthranilsäure.

### Faserstoffe, Färberei.

Theorie des Färbeprocesses. O. N. Witt (Färberztg. 2 S. 1) führt aus, gegen die chemische Theorie des Färbens spräche das Verhalten vieler gefärbten Fasern. Mit Fuchsin gefärbte Seide lässt sich z. B. mit einer ziemlich concentrirten Seifenlösung behandeln, ohne die Färbung einzubüssen, verliert aber beim Eintauchen in absoluten Alkohol den Farbstoff fast augenblicklich. Man sollte daher die Vorgänge beim Färben als Lösungserscheinungen auffassen. Danach sind substantive Farbstoffe solche, welche in der Substanz dieser Faser löslicher sind, als in Wasser, und daher von der Faser aus ihrer wässrigen Lösung (dem Färbebade) „ausgeschüttelt“ werden.

Der Färbeprocess lässt sich in Parallele stellen mit dem Ausschütteln wässriger Lösungen irgend welcher Stoffe durch Äther oder andere in Wasser unlösliche Lösungsmittel.

Wenn man eine wässrige Lösung von Resorcin mit Äther schüttelt, so wird der Äther (abgesehen von einem geringen Antheil desselben) nicht gelöst, sondern nur durch das Schütteln zu feinen Kügelchen zertheilt. Da aber das Resorcin in Äther viel löslicher ist als in Wasser, so wandert es aus letzterem in den ersten hinüber. Das Wasser wird seines gesammten Resorcins beraubt.

Ganz genau dasselbe geht vor sich, wenn wir in eine Fuchsinlösung eine gewisse Menge Seide hineinbringen. Die nöthige feine Vertheilung ist hier durch die Form der Faser selbst gegeben. Ausserdem ist die Substanz der Faser als Colloid osmotisch, d. h. sie erlaubt der Flüssigkeit durch ihre Molecularinterstitien zu circuliren; dabei wird das in Fibroïn löslichere Fuchsin dem Wasser, welches geringeres Lösungsvermögen für den Farbstoff hat, entzogen. Setzt man aber ein Mittel zu, welches die Löslichkeit des Fuchsin im Wasser erhöht, wie z. B. Alkohol, so kann man einen Punkt erreichen, bei dem das Lösungsvermögen des Bades das des Fibroïns übertrifft, und dann wird das Fuchsin von der Seide nicht mehr absorbiert, sondern es wandert umgekehrt das schon von der Faser gelöste Fuchsin in das Bad zurück. Den gleichen Erfolg erzielt man, wenn man durch passende Vorbehandlung der Seide ihr Lösungsvermögen für Farbstoffe herabsetzt. Dies kann z. B. geschehen durch Tanniren der Seide. Hier