

hindern, um den Druck möglichst lange im Druckrohr zu haben und nur soviel in den Trichter zu lassen, als unten abläuft. Will man den Trichter ganz füllen, so setzt man das T wie in Fig. 195 auf.

Um das Durchdrücken des Filters auch bei höherem Druck zu vermeiden, liess ich mir einen starken Porzellanteller machen mit schwach nach der Mitte geneigtem Boden, der mit abgerundeten, eng aneinander stehenden Erhöhungen von 2 bis 3 mm bedeckt ist; in der Mitte hat der Teller ein etwa 2 cm weites Loch, der Rand ist fast senkrecht 2 cm hoch (Fig. 196 und 197). Dieser Teller steht auf einem Brettchen, durch dessen Ecken 4 bis 8 mm dicke Drähte gehen, welche zur Hälfte mit Gewinde versehen sind und in derselben Höhe das Brettchen tragen, das in der Mitte eine Öffnung hat, durch welche eine kurze Glaskröse geht,

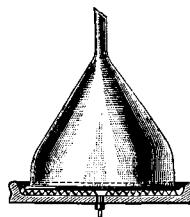


Fig. 196.

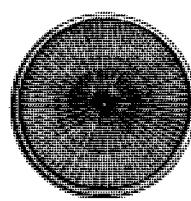


Fig. 197.

welche mittels Pfropf in dem Loche des Tellers befestigt ist. Der Trichter wird nun nach dem Zubinden, mit dem Filter nach unten, auf den Teller gestellt und durch ein zweites Brettchen, durch dessen mittlere Öffnung das Rohr geht, mittels der vier Flügelmuttern niedergehalten, wie Fig. 195 zeigt. Der Teller wird von der hiesigen Porzellanfabrik Dressel, Kister & Comp. angefertigt.

Bei relativ grösseren Mengen von Flüssigkeiten und Niederschlägen kann man dem Trichter auch einen Holzpropf von entsprechender Weite in die Mündung eines Sackes von Pressstuch einbinden. Der Holzpropf ist durchbohrt, um ein Glas- oder Bleirohr dicht darin befestigen zu können. Bei starkem Druck kann man den Sack zwischen 2 Geflechte von Spanisch-Rohr oder Weiden mittels zweier Bretter, welche durch 2 Schrauben zusammengehalten werden, aufhängen und bildet dieser dann eine einkammerige Filterpresse von guter Leistungsfähigkeit, welche sehr billig zu stehen kommt. Die Presse wird mittels Leisten zwischen 2 Böcke gehängt.

## Über Concentration von Schwefelsäure in Glasretorten.

Von

G. Lunge.

Zu den sehr dankenswerthen Mittheilungen von Lüty (S. 385 d. Z.) bemerke ich, dass eine genaue Zeichnung des dort S. 389 skizzirten continuirlichen Glas-Concentrationsapparates, aus der alle Einzelheiten desselben ersichtlich sind, nebst den von ihm erwünschten Betriebsresultaten sich in der 1891 erschienenen Neubearbeitung des ersten Bandes meines „Handbuches der Soda-industrie“ (englische Ausgabe) befindet und selbstverständlich auch in der deutschen Ausgabe, deren Satz bereits weit vorgeschritten ist, enthalten sein wird. Es geht daraus die von Lüty vermutete grosse Überlegenheit des continuirlichen Systems über das intermittirende mit vollster Deutlichkeit hervor.

## Brennstoffe, Feuerungen.

Zur Herstellung von an der Luft erhärtenden Briquettes wird nach Loé (D.R.P. No. 63 400) der zu verarbeitende Stoff, Torf, Holzabfälle, Kohlenklein oder dergl., zunächst auf das Ausbringen an Kohle und deren Aschengehalt untersucht. Dann folgt eine Bestimmung der Asche hinsichtlich ihres Gehaltes an Thonerde, Kieselsäure und Kalk, sowie eine annähernde qualitative Bestimmung der Form, in welcher diese Bestandtheile enthalten sind. Es erfolgt nun das „Alkalisiren des Kaolins oder der Puzzolanerde“, indem man in geeigneten Mischmaschinen diese Stoffe mit frisch gelöschem Kalk, Dolomitkalk, Kalk und Magnesia, Natronkalk, je nach Zusammensetzung der Aschen, in der Weise innig mischt, dass, wenn Thonerde und Kieselsäure vorherrschend waren, das Alkali, wenn Kalk vorherrschend war, der Silicatzuschlag überwiegt. Das Gemisch wird in Koksöfen verkocht, wobei die Nebenproducte gewonnen werden können. Der vollständig abgegaste Kammerinhalt wird mit wenig Wasser zu einem steifen Brei angerührt und nach vollzogenem Abbinden, was sich durch ein Flüssigerwerden der Masse zu erkennen gibt, in Briquettermaschinen gepresst. Nach dreitägigem Lagern ist die Masse bez. sind die erzielten Briquettes transportfähig.

Ältester Steinkohlenbergbau. Von der Steinkohlenformation des Aachener Beckens (Wormsmulde) ragt ein kleiner Theil nach Holland hinüber. Derselbe wird durch das einzige niederländische Steinkohlenwerk bei Kerkrade abgebaut. Nach den Annalen der nahegelegenen Abtei wurde hier schon im Jahre 1118 Steinkohlenbergbau getrieben.

Öfen zur Leichenverbrennung beschreibt Th. Weyl (Gesundung. 1892 S. 378).

Kitson's Gaserzeuger (Am. Pat. 1892 S. 157). Der Vergasungsraum  $F$  (Fig. 198) besteht aus einem mit Scharmotte ausgefütterten Blechcylinder. Der innere Durchmesser desselben ist 535 mm, die Höhe vom Roste  $B$  (aus Scharmotte) bis zum Deckel 1070 mm.

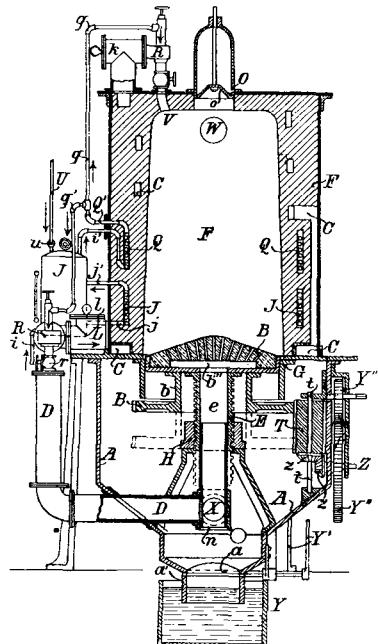


Fig. 198.

Zur Vergrösserung der Rostfläche kann, wenn nöthig, der aus lothrecht aufgehängten Stäben gebildete Rost *G* herangezogen werden. Der Rost *B*, auf einer eisernen Schale aufgebaut, ist daher mit einer Vorrichtung zum Auf- und Abwärtsbewegen eingerichtet. Dieselbe besteht aus der hohlen Schrauben-  
spindel *E*, der Schraubenmutter *H*, dem auf der Hohlwelle *b* befestigten Zahnrad *c* und dem mit *T*, *t*, *Y*, *Y*, *Z* bezeichneten Getriebe. Ein den grössten Theil dieser Zahnrad- und Schraubenübersetzung umhüllender Mantel *A*, welcher mit seinem unteren Theile *a'* in einen Wasserverschluss *Y* eintaucht und auch durch die Drosselklappe *a* mit Handhabe *Y'* verschlossen werden kann, verhindert den Luftzutritt von und den Gas-austritt nach aussen. Durch das Rohr *D* kann von unten, durch die Öffnung *V* von

oben Luft und Dampf dem Vergaser zugeführt werden, und zwar unter Vermittlung der Dampfstrahlgebläse  $R$ . Die Kohlenzufuhr geschieht durch das mit Trichter versehene Rohr  $O$ , welches durch die Glocke  $o$  verschliessbar ist. Das erzeugte Gas kann oben durch das Rohr  $W$ , unten durch das Rohr  $X$  abgeführt werden. In der Nähe der Mündungsstelle des letzteren Rohres in den aufsteigenden Schenkel des Rohres  $D$  ist ein selbstthätiges Staubentleerungsventil  $n$  angebracht. Der Behälter  $I$  dient als Dampfkessel, von welchem ausgehend die Siederrohre  $J$  und die Dampfüberhitzungsrohre  $Q$  innerhalb des Scharmottemantels schlangenförmig um den Vergasungsraum laufen. Die Rohre  $j$  und  $q$  stellen die Verbindung des Kessels mit den Schlangenrohren und den Dampfstrahlgebläsen her. Die durch letztere angesogene Luft wird in den Kanälen  $C$  vorwärmert. Über das Ölzführungsrohr  $U$  mit Ventil  $u$  für den Kessel  $I$  sind keinerlei Angaben gemacht, auch ist eine Beschreibung der Arbeitsweise nicht beigegeben.

Der Apparat soll ein Halbwassergas liefern, welches direct für Gasmaschinen verwendbar ist. Kitson will bei Benutzung einer Körting'schen Maschine 0,56 k, bei Benutzung einer Atkinson-Maschine 0,50 k Kohle für die Stunden-Pferdekraft verbraucht haben. (Vgl. d. Z. 1891, 693.)

## Hüttenwesen.

Zur Erzeugung von Eisen unmittelbar aus Erzen macht Fr. Siemens (D.R.P. No. 62 904) folgende Bemerkungen:

Um aus den Eisenerzen das Flusseisen mit Umgehung des Hochofens darzustellen, haben ich und neuerdings auch Andere es vielfältig versucht, aus den fein gemahlten Erzen mit den ebenfalls pulverisierten Zuschlägen und der reducirenden Kohle, alles innig gemischt, das Flusseisen entweder durch längeres Glühen dieser Mischung oder durch Einschmelzen derselben auf dem Herd eines geeigneten Ofens direct zu gewinnen. Durch Glühen dieser Mischung erhält man Schwamm-eisen, durch Schmelzen derselben direct Flusseisen, vorausgesetzt, dass die Hitze hoch genug gehalten wird. Beide Verfahren begegnen jedoch ernsten Hindernissen, welche bis jetzt eine praktische Benutzung nicht zugelassen haben. Der beim Glühen der Mischung erhaltene Eisenschwamm besitzt grosse Neigung zu oxydiren und ist daher schwer und nur mit Verlust und Nachtheil weiter zu verarbeiten und eigentlich nur als Schrott für den Siemens-Martin-Process zu verwenden. Deshalb hatte ich es auch vorgezogen, die Bildung des Eisens durch Einschmelzen der Mischung, also auf flüssigem Wege unter Anwendung hoher Temperaturen vor sich gehen zu lassen, wodurch ich hoffte, das gebildete Eisen in Folge seines

grösseren specifischen Gewichts am Boden des Herdes, durch die Schlackendecke geschützt, an zusammen und direct als Flusseisen abzapfen zu können. Diese Operation gelingt auch unter gewissen Umständen, hat aber, wie oben gesagt, kein befriedigendes praktisches Resultat ergeben, trotz Jahre langer Versuche im grossen und kleinen Maassstabe. Ich kam zu dem Schluss, dass der eingeschlagene Weg überhaupt nicht zum Ziele führen kann, und zwar in der Hauptsache aus folgenden Gründen. Bringt man das pulverförmige Gemenge von Erz, Zuschlägen und Kohle auf den Herd eines sehr heiss gehenden Flammofens, so schmilzt dieses Gemenge allerdings sehr rasch zusammen und das Eisen fängt auch bald an, sich zu entwickeln; gleichzeitig mit der Reduction des Eisens findet aber eine heftige Gasentwicklung statt, welche die gebildeten flüssigen, aber anfangs sehr fein vertheilten Eisenpartikelchen mit an die Oberfläche reissen und dort der directen Einwirkung der Flamme aussetzen. Mag man nun die Flamme in der Ofenkammer noch so reducirend einrichten oder nur durch Strahlung heizen, so verbrennen die feinen Eisentheilchen doch sofort, wie an dem charakteristischen Funken sprühen leicht erkenntlich.

Ist überflüssige Kohle im Gemenge vorhanden, so kann eine nochmalige Reduction des Eisens sehr wohl erfolgen, und in der That, je mehr Kohle beigemengt wird, je mehr Eisen findet man am Boden des Herdes angesammelt, aber man kann nie das volle Quantum erreichen, denn ein grosser Theil des Eisens bleibt nothwendig in der Schlacke, namentlich wenn der Ofen sehr heiss geht. Betreibt man den Ofen kühler, so gewinnt man mehr Eisen, und das meiste gewinnt man, wenn der Ofen so kühlt geht, dass das Gemenge nicht geschmolzen, sondern nur weich wird. In letzterem Falle werden die gebildeten Eisentheilchen nicht so leicht mit den gebildeten Kohlenoxydgasen in die Höhe gerissen, aber wirklich praktisch kann eine solche Verfahrungsweise auch nicht sein, weil zu viel Zeit verloren geht, und es noch erheblich mehr Zeit erfordert, den Ofen auf die nöthige Temperatur zu bringen, um das Schwammeisen nachträglich noch in den flüssigen Zustand zu bringen und abzapfen zu können. Um in letzterer Weise praktisch zu arbeiten, müssten nothwendig zwei Öfen benutzt werden, so zwar, dass in dem einen kühler gehenden Ofen lediglich die Reduction des Eisens bewirkt würde und dasselbe dann erst in dem heisser gehenden Ofen eingeschmolzen würde.

Durch das Übertragen des Eisenschwammes in den Schmelzofen hat man sich aber eine fast unlösbare Aufgabe gestellt, wie schon auseinander gesetzt wurde. Mehr versprechend schien der Versuch zu sein, die getrennten Verfahren in ein continuirliches zu verwandeln, indem die ganze Operation in einer dergestalt arrangirten Ofenkammer vorgenommen wurde, dass das Gemenge permanent in das eine höher liegende, kühtere Ende der Ofenkammer aufgegeben, auf einer schrägen Fläche allmählich in das tiefere heissere Ende der Kammer fortbewegt, bis das geschmolzene Eisen in kleineren Partien aus dem heissten Ende der Ofenkammer periodisch abgezapft wurde. In dem

höheren, kühleren Theile der Kammer reducire sich das Eisen, um dann, vorwärts bewegt, in dem niedriger liegenden Theil der Heizkammer in dem Maasse eingeschmolzen zu werden, wie die dem Eisenschwamm enthaltende weiche Schlackenmasse allmählich anlangte. Ein solches continuirliches Verfahren könnte wohl praktisch sein, wenn es gelänge, nur einen Theil des Eisenbades abzuzapfen und das Darüberstehende zurückzulassen. Es ist ja nicht schwierig, nur einen Theil der Schlacke von der Oberfläche abzuzapfen; aber den Eisenstrom zu unterbrechen dadurch, dass man das Zapfloch wieder schliesst, ist eine Operation, welche man wohl einige Male vornehmen, aber auf die Dauer nicht durchführen kann. Sollte noch ein Mittel gefunden werden, das Flusseisen immer nur theilweise vom Boden des Herdes abzuzapfen, ohne dass wesentliche Betriebshindernisse entstehen, so könnte auch ein continuirliches Verfahren mittels einer schräg liegenden Ofenkammer, welche in ihrem oberen Ende verhältnissmässig kühlt, aber an ihrem niedriger liegenden Ende gleichmässig in voller Stahlschmelzhitze erhalten wird, praktisch werden. Obige Betrachtungen, die sich meistens in auf grossem Maassstabe durchgeföhrte Versuche stützen, haben mich dazu geführt, eine wesentlich veränderte Verfahrungsweise als einzige mir noch aussichtsvoll erscheinende Form der directen Stahlerzeugung aufzustellen. Vorausschicken muss ich noch, dass ich bei meinen Versuchen auch gefunden habe, dass es nicht nöthig ist, den Kohlenstoff innig mit dem Gemenge von Erz und Zuschlägen zu mischen, dass es genügt, das Erz mit dem Kohlenstoff überhaupt nur in Berührung zu bringen, um unter Hitzeentwicklung eine allmähliche Reduction zu bewerkstelligen. Allerdings dauert dann die Reduction des Eisens in der ganzen Erzmasse viel länger, aber sie erfolgt dennoch, indem die zuerst gebildeten Eisentheilchen stark kohlenhaltig werden und dann ihren Überschuss zur Reduction des Eisens an die zunächst liegenden Erztheilchen abgeben. Diese Thatsache benutzend, bringe ich jetzt folgendes Verfahren der Flusseisenerzeugung direct aus den Erzen zur Anwendung.

In einen Siemens-Ofen mit rund herum offener Zone (S. 78 d. Z.) bringt man zunächst nur das wohlgemischte Gemenge von gepulverten Erzen und Zuschlägen. Nachdem dasselbe geschmolzen ist, bringt man den Kohlenstoff entweder in Pulverform oder auch in kleineren und grösseren Stücken vorzugsweise durch die rund herumlaufende offene Zone, theilweise seitlich, so dass der Schlitz geschlossen wird, theilweise über das geschmolzene Gemenge in den Ofen. Die Reduction des Eisens wird sofort vor sich gehen, und zwar in der Hauptsache von oben. Die nach oben zu entweichenden, durch den Reductionsprocess entwickelten Gase reissen zwar auch die gebildeten Eisentheilchen mit in die Höhe, jedoch bleiben dieselben nicht nur durch die Kohlendecke vor dem Verbrennen geschützt, sondern kohlen sich noch

mehr an, um nach unten zu sinken, wo ihr überschüssiger Kohlenstoff an das Erzgemenge abgegeben wird, um weitere Reduction von Eisen zu bewirken.

Durch die entstandene Gasentwickelung kommt die ganze Masse derart in kochende Bewegung, dass auch die unteren Erztheilchen mit in die Höhe gerissen werden, auch werden Kohlenthelchen mit nach unten geführt, so dass sehr bald die Reduction des Eisens in der ganzen Masse lebhaft vor sich geht und verhältnissmässig rasch beendet ist, wenn man nur Rücksicht darauf genommen hat, das Erzgemenge vor dem Daraufbringen des Kohlenstoffes in einen möglichst dünnflüssigen Zustand gebracht zu

dadurch höhere Hitze im Ofen erzielen, um je nach Umständen das Eisenbad noch besser vorbereiten zu können. Man zapft zuletzt das Eisen nebst der Schlacke auf die gewöhnliche Weise ab, um möglichst sofort eine neue Post von Erzgemenge aufzubringen, wobei man einen recht hohen Haufen bildet, weil das Gemenge durch Einschmelzen sein Volumen um mehr als die Hälfte verringert. Man kann aber auch zu Ende des Processes so weit mit der Temperatur im Ofen heruntergehen, dass das Eisen nur teigartig (nicht dünnflüssig) gemischt mit Schlacke bleibt, sich zu Luppen formen, zengen und schweissen lässt; auch kann dasselbe in dieser Form als Schrott für den Siemens-Martin-

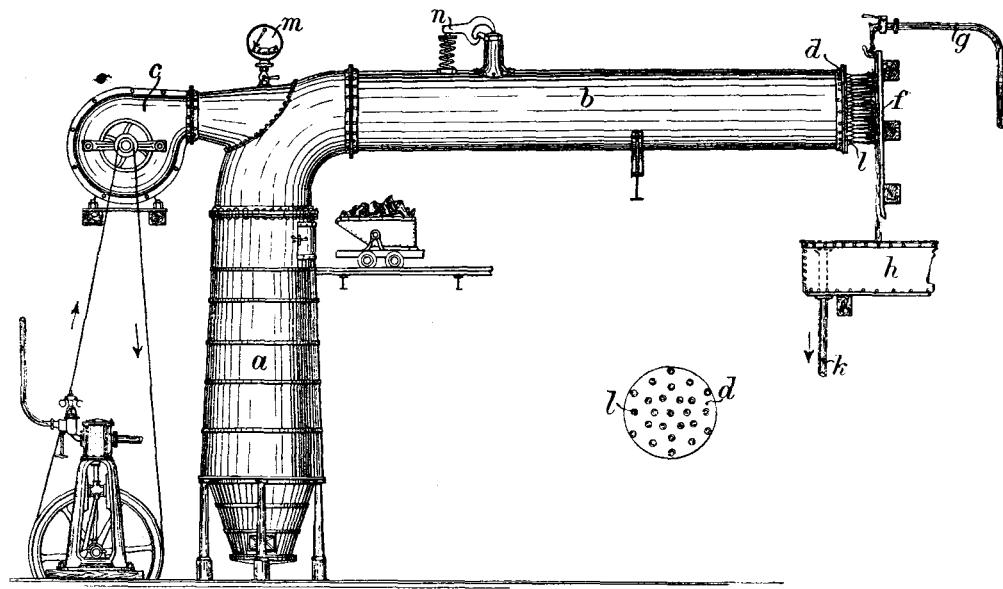


Fig. 199.

haben. Da das so gebildete Eisen durch die Kohlendecke vor dem Verbrennen geschützt ist und die Kohle selbst in Folge des raschen Reductionsprocesses und der zeitweise reducirend gemachten Flamme nur in geringem Maasse verbrennen kann, muss sich in Folge der hohen Hitze alles gebildete Eisen flüssig auf dem Herde unter der Schlacke ansammeln. Sobald nun die Entwicklung der Gasblasen aus dem Bade nachgelassen hat, kann man die noch etwa auf der Oberfläche desselben schwimmende Kohle durch die rund herumlaufende offene Zone abstreichen und nimmt darauf Proben von dem gewonnenen Eisen, um je nach dessen Kohlenstoffgehalt noch Roheisen oder Kohlenstücke zur weiteren Kohlung oder Schrott oder auch Erzstücke zum Zweck der Entkohlung zuzusetzen. Unter Umständen kann man auch die offene Zone wieder durch Erz oder Kalkaufgabe schliessen und

Process dienen. Hat man es mit sehr unreinen Erzen zu thun, die viel Phosphor und Schwefel halten, so zieht Siemens es vor, auf einem basisch zugerichteten Herde zu arbeiten, im anderen Falle aber entschieden den sauren Herd.

Flugstaubfänger für Schmelzöfen. Nach Th. Krieg (D.R.P. No. 62 859) ist über der oberen Öffnung des Schmelzofens *a* (Fig. 199) ein langes, aus starkem Eisenblech angefertigtes Blechrohr *b* angebracht, an der das Manometer *m* und das Sicherheitsventil *n* angebracht ist. In diesem Blechrohr sammeln sich die giftigen aufsteigenden Dämpfe an. Ein kräftiges Gebläse *c* presst die Dämpfe bei hoher Spannung in das Blechrohr ein. Hier verdichten sich die Dämpfe. Das hintere Ende des Blechrohres ist mit einer runden Scheibe *d* aus starkem Eisenblech verschlossen. Diese Scheibe besitzt runde

Löcher *l*, die mit nach vorn spitz zulaufenden trichterförmigen Düsen versehen sind. Durch diese Öffnungen wird der verdichtete giftige zink- und bleioxydhaltige Dampf als feines Pulver gegen eine aus Eisenblech oder Guss-eisen angefertigte Wand *f* geblasen. Letztere wird von einem schwachen Wasserstrahl berieselt, welcher von einer Leitung *g* zugeführt wird. An der eisernen Wand *f* soll sich der verdichtete Dampf in Krystallform ansetzen (?). Die Krystalle werden durch die Wasserberieselung abgespült und die Flüssigkeit gelangt mit den Krystallen in einen unterhalb der eisernen Wand befindlichen Sammelbehälter *h*. In diesem schlagen sich die giftigen Metalloxyde nieder. Zur Entfernung der Flüssigkeiten aus dem Behälter *h* dient das Rohr *k*.

**Atomgewicht des Kupfers.** Nach den umfassenden Versuchen von Th. W. Richards (Z. anorg. Ch. 1892 S. 187) ist das Atomgewicht des Kupfers 63,604, wenn  $O = 16$ , somit 63,44, wenn  $O = 15,96$ .

**Atomgewicht des Cadmiums** bestimmten W. S. Lorimer und E. F. Smith (Z. anorg. Ch. 1892 S. 364) zu 112,055, wenn  $O = 16$ .

### Glas, Thon, Cement.

Dem Protokoll der 15. Generalversammlung des Vereins deutscher Portlandcement-Fabrikanten am 26. und 27. Februar d. J. seien folgende Angaben entnommen.

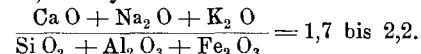
Die dem Vereine angehörenden 79 Fabriken geben eine Jahresproduktion von 11 750 000 Fass an.

Der Vorstand hat 42 Cemente von Vereinsmitgliedern untersucht; 2 enthielten 4,5 bez. 6 Proc. Magnesia, 3 erforderten mehr als 3 mg Chamäleon. Um nun festzustellen, ob sich bei Cementen, welche aus einer Schlacke enthaltenden Rohmischung erbrannt sind, ein Zusatz von Schlacken nach dem Brennen nachweisen lässt, wurden nach R. Dyckerhoff Proben untersucht. Der im Probirofen aus schlackenhaltigem Rohmaterial erbrannte Cement ergab einen etwas höheren Chamäleonverbrauch als der aus gewöhnlicher Rohmasse erbrannte Cement, der sich auf der Grenze hielt. Die aus schlackenhaltigem Rohmaterial erbrannten Handelscemente hatten einen höheren Chamäleonverbrauch. Es könnte nun die Vermuthung nahe liegen, dass bei den Handelscementen ein Schlackenzusatz nachträglich stattgefunden hätte. Doch ist zu berücksichtigen, dass der zum Vergleich

im Probirofen gebrannte Cement zufällig aus einer Schlacke mit verhältnismässig geringem Chamäleonverbrauch hergestellt worden ist. Es sind daher vorerst Versuche mit Cement anzustellen, zu welchem eine Schlacke mit höherem Chamäleonverbrauch zu verwenden wäre, um festzustellen, ob solcher Cement auch so hohe oder ähnliche Werthe liefert, wie die aus schlackenmehlhaltigen Rohstoffen erzeugten Handelscemente. Wenn sich dies bestätigen sollte, so wäre weiter zu untersuchen, ob sich Cemente, die nach dem Brennen mit Schlackenmehl vermischt wurden, nicht durch das specifische Gewicht und etwaiges verschiedenes Verhalten beim Abschlämmen von solchen aus schlackenhaltigem Rohmaterial mit gleich hohem Chamäleonverbrauch unterscheiden lassen.

Goslich berichtet über die russischen Normen.

Die Russen geben eine chemische Zusammensetzung und verlangen, wie die Normen sich ausdrücken, ein hydraulisches Modul:



Der Russe schreibt ferner vor, dass der Cement nicht mehr Schwefelsäure als 1,75 Proc. und Magnesia höchstens 3 Proc. enthalten darf. § 3 schreibt ein spec. Gew. von mindestens 3,05 vor. Der Schumann'sche Apparat wird vorgeschrieben. Die russischen Normen gehen dann zu Verpackung und Gewicht über und schreiben ein Normalfass von 10 bis  $10\frac{1}{4}$  Pud vor (Nettogewicht). Auf jedem Fass soll das Nettogewicht angegeben werden. Das ist eine ziemlich strenge Forderung, wenn man sie genau nehmen wollte, aber die Normen lassen ziemlich weite Grenzen, zwischen 164 und 168 k. Auf jedem Fass muss ferner die Zeit der Herstellung, sowie Fabrikant, Partienummer und das Wort Portlandcement angegeben sein.

Säcke sollen ein Gewicht von 3 bis  $3\frac{1}{2}$  Pud (49 bis 57,5 k) haben. Über die Bindezeit sagen die russischen Normen nichts, da, wie in den Motiven ausgeführt, nur langsamere Cement in Russland fabricirt wird. — Bei der Prüfung der Bindezeit des Cements schreiben die Russen die Vicat'sche Nadel vor. Die Volumenbeständigkeit wird geprüft durch die Darrprobe und in zweiter Linie durch die Glasprobe. Die Russen gehen von dem Gesichtspunkt aus, dass es darauf ankommt, sehr schnell die Probe zu machen; darum wird die Darrprobe als die schnellere und schärfere der Glasprobe vorangestellt. — Die Mahlung ist bei 900 Maschen 15 Proc., bei 4900 Maschen 50 Proc. Die Festigkeitsprobe wird mit reinem Cement und mit Sandmörtel angestellt. Nirgends ist gesagt, welcher Probe der Vorzug zu geben ist. Als Zugfestigkeit werden für reinen Cement nach 7 Tagen 20 k, nach 28 Tagen 25 k; für 1 Cement + 3 Sand nach 7 Tagen 5 k, nach 28 Tagen 8 k verlangt. Es wird dabei gesagt, die 28-Tagesprobe ist ja besser als die 7-Tagesprobe, aber verschiedene Gründe sprechen dafür,

die Prüfung zu beschleunigen, deshalb ist die 7-Tagesprobe zuzulassen. Als Normalsand wird durch 3 Siebe gewonnener Sand angewendet.

Im Anschluss theilt der Vorsitzende mit, dass die Fassung der Beschlüsse des Vereins über die Volumenbeständigkeit stattgefunden hat, mit welcher der Vorstand beauftragt war. Diese lautet wie folgt:

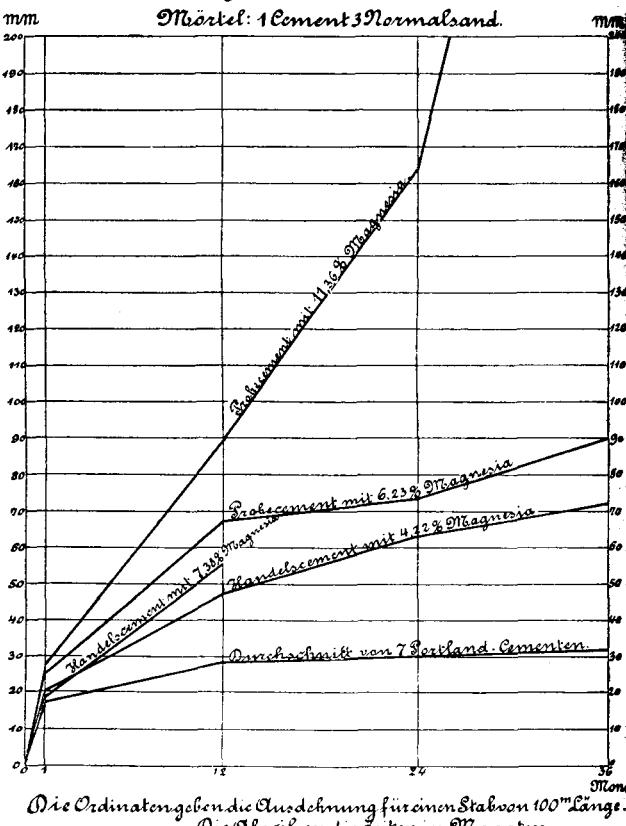
1. Die Probe der Normen auf Volumenbeständigkeit des Portlandcements ist bei sorgfältiger Ausführung hinreichend scharf und völlig genügend für praktische Zwecke.

2. Die bis jetzt bekannten beschleunigten Proben zur Erkennung der Nichtvolumenbeständigkeit des Portlandcements (Kochprobe, Glühprobe, Darrprobe u. a.) sind nicht geeignet, dem Consumeren ein sicheres Urtheil über den Cement zu gestatten, weil es vorkommt, dass Portlandcemente, welche die beschleunigten Proben nicht bestehen, sich bei der Verwendung als durchaus volumbeständig erweisen.

M. Meyer glaubt, dass die sog. „Normen“ nicht als Werthmesser für die Güte des Cementes gebraucht werden können. Die Normen selbst sollen unverändert bestehen bleiben; es soll der Portlandcement die von ihnen geforderten Eigenschaften besitzen. Auf keinen Fall erschien es ihm zulässig, eine über die von den Normen geforderte Festigkeit hinausgehende Zahl als Beweis eines besseren Cementes hinzustellen. Er erhielt den hauptsächlich in Frage kommenden Apparat, den „Suchier'schen Universalmörtelapparat für Cementprüfung“ erst so spät, dass nur eine Untersuchungsreihe mitgetheilt wird, welche bestätigt, dass der Cement mit zunehmendem Kalkgehalt eine zunehmende Druckfestigkeit, aber abnehmende Volumenbeständigkeit zeigt.

Cement auf zuverlässige Weise zu controliren und gewähren für die grosse Baupraxis einen

*Graphische Darstellung der Ausdehnung von Cementen bei welchen ein Theil des Kalk durch Magnesia ersetzt ist.*



hinreichend sicheren Vergleich der verschiedenen Portlandcemente.

No.	Gehalt der Rohmasse an kohlens. Kalk	Spec. Gewicht	Druck nach 28 Tagen 1 : 3	Ausdehnung des 100 mm-Stabes in 1/200 mm in Wasser nach Tagen								Ausdehnung in der Luft 82 Tage	Druckfestigkeit auf 25 cm; 1 : 4 mit 13 Proc. Wasser
				3	7	30	60	70	82				
1	75,4 Proc.	3,18	175 k	— 1	— 1	— 0	— 1	— 1	— 1	— 31	52		
2	75,8	—	3,177	158	— + 8	+ 17	+ 80	+ 103	+ 118	+ 120	+ 7	51,2	
3	76,5	—	3,176	178	— + 1	+ 2	+ 4	+ 5	+ 8	+ 9	— 40	42	
4	76,9	—	3,177	185	— + 3	+ 8	+ 11	+ 25	+ 30	+ 32	— 27	44	
5	77,5	—	3,183	228	— + 4	+ 8	+ 14	+ 15	+ 17	+ 18	— 34	—	
6	77,9	—	3,190	235	— + 7	+ 8	+ 20	+ 22	+ 27	+ 30	+ 12	44	
7	78,3	—	3,196	254	— + 19	+ 30	+ 46	+ 57	+ 69	+ 75	+ 63	—	

Die Cemente sind aus demselben Rohgemisch erbrannt, gleich nach dem Brennen gleichmässig zerkleinert und auch bald zur Untersuchung gezogen.

R. Dyckerhoff hat schon bei Aufstellung der Normen die Ansicht vertreten, dass die Normenprobe zur endgültigen Werthschätzung der Portlandcemente nicht ausreichend sei. Die Normen geben indess die Mittel an die Hand, den abgelieferten

Wenn auch die Festigkeit mit 3 und 4 Th. Sand bei der Prüfung nach dem Normenverfahren nahezu parallel geht, so hat er doch bei der Prüfung mit 1 Th. Sand und mit 6 Th. Sand +  $\frac{1}{2}$  Kalkhydrat bei verschiedenen Handelscementen gewisse Abweichungen gefunden. Er hat z. B. gefunden, dass bei 2 Cementen mit gleicher Normenfestigkeit bei der Prüfung sowohl mit 1 Th. Sand als auch mit 6 Th. Sand

der eine Cement bessere Resultate liefern kann als der andere. Der Grund liegt wohl in der verschiedenen Mahlung. Bei 3 Th. Sand kann ein an sich geringerer, aber feiner gemahlener Cement die gleiche Festigkeit liefern wie ein anderer, gröber gemahlener Cement, weil er die Hohlräume des Sandes vollständiger ausfüllt. Dieser Umstand kommt bei 1 Th. Sand nicht mehr in Betracht, weil bei der Mischung 1:1 die Hohlräume durch den Cement vollständig ausgefüllt werden; ähnlich ist dies bei dem Mörtel mit 6 Th. Sand und  $\frac{1}{2}$  Kalkhydrat der Fall, bei welchem der Kalk die Hohlräume mit ausfüllen hilft. Die Prüfung mit 3 Th. Sand nach den Normen gibt erst dann ein richtiges Bild von der Bindekraft eines Cements, wenn man die Mahlung mit in Betracht zieht. (Vgl. d. Z. 1891, 577.)

R. Dyckerhoff berichtet ferner über die Wirkung der Magnesia im gebrannten Cement. Die Zugfestigkeit zweier Cemente, bei welchen ein Theil des Kalkes durch Magnesia ersetzt ist, betrug (k/qc):

Magnesia-gehalt	1 Woche	4 Wochen	13 Wochen	26 Wochen	1 Jahr	2 Jahre	3 Jahre
6,23 Proc.	9,4	17,6	22,0	23,4	21,4	17,7	18,7
11,36 Proc.	3,3	6,9	14,2	16,2	14,5	13,0	10,5

Die Ausdehnung der beiden Cemente ist nebenstehend im Vergleich mit der Durchschnittscurve von 7 Portlandcementen graphisch dargestellt. Die Festigkeit der geprüften Cemente ist demnach entsprechend dem geringeren Kalkgehalt an sich geringer und geht auch stärker rückwärts als bei Cementen mit gleich hohem Magnesiagehalt, bei welchen die Magnesia zugeschlagen ist. Ebenso beginnt die Ausdehnung früher und ist bis jetzt stärker. Die Wirkung tritt bei den Cementen mit Ersatz von Kalk durch Magnesia früher ein, jedenfalls deshalb, weil die Magnesia etwas weniger stark gesintert ist. Es folgt hieraus, dass auch bei den Cementen, bei welchen Kalk durch Magnesia ersetzt ist, sobald nur bis zur Sinterung gebrannt wird, die nachtheilige Wirkung der Magnesia zur Geltung kommt.

Handelscement mit 4,2 Proc. Magnesia zeigte nach 3 Jahren nur geringe Festigkeit mehr als nach 4 Wochen. Auch bei Cement mit 7 Proc. Magnesia ist nach  $\frac{1}{2}$  Jahre ein Stillstand in der Zunahme der Festigkeit eingetreten und nach  $1\frac{1}{2}$  Jahren ein Rückgang. Die Ausdehnung dieser beiden Handelscementen ist ebenfalls mit verzeichnet. Beide Cemente dehnen sich von 4 Wochen ab stärker aus als normale Portlandcemente.

Der Cement mit 4,2 Proc. Magnesia dehnt sich nach Jahresfrist bis zu 3 Jahren immer noch weiter, während bei normalem Portlandcement von einem Jahre an beinahe völliger Stillstand in der Ausdehnung eintritt. Die Schaulinie des Cements mit 7 Proc. Magnesia erhebt sich innerhalb der bis jetzt beobachteten Zeit wesentlich steiler als die Durchschnittscurve normaler Portlandcemente. Also auch bei den Handelscementen macht sich die nachtheilige Wirkung der Magnesia von 4 Proc. an geltend. Magnesiahaltige Cemente brauchen deshalb bei geringen Procentsätzen noch keine sichtbaren Schäden zu zeigen, wie dies bei hohem Magnesiagehalt der Fall ist, aber sie stehen in Bezug auf die Zunahme der Festigkeit und auf Volumbeständigkeit bei längerer Erhärtungsdauer hinter normalem Portlandcement zurück. Auf das Verhalten der Handelscemente kommt es uns doch ohne Zweifel am meisten an. Hervorzuheben ist, dass erwiesenermaassen bei Portlandcement ein Gehalt an Magnesia bis zu 3 Proc. durchaus keine nachtheilige Wirkung hat und dass es deshalb unbegründet ist, wenn Cemente mit einem Magnesiagehalt von weniger als 3 Proc. beanstandet werden.

Schott hat bei einer Versuchsreihe die Magnesia als Ersatz, bei der anderen als Zugabe zum Kalk gerechnet. Der Magnesiagehalt schwankt von 3,5 bis 8 Proc. Die Zeitdauer der Versuche erstreckt sich bis jetzt erst auf 9 Monate. Die Volumenvergrösserung an Prismen, im Bauschinger'schen Apparat gemessen, erwies sich bis jetzt in keiner Weise grösser als bei guten Handelscementen. Zu vergleichenden Versuchen wurden die bekannten Marken von Dyckerhoff und Stern verwendet und gleichmässig behandelt. Die sämmtlichen Probekörper zeigten von Anfang an eine sehr geringe Volumenvergrösserung, die parallel läuft mit dem Erhärtungsprocess. Nach 7 Tagen war eine geringe Volumenvergrösserung da, nach 28 Tagen eine grössere, nach 3 Monaten hörte sie auf; dann findet ein geringer Rückgang statt. Nach 270 Tagen hatten sämmtliche Prismen ein etwas geringeres Volumen als am ersten Tage. Ferner ergab sich, dass mit der Zunahme des Magnesiagehalts bis zu einer bestimmten Grenze die Sinterung des Klinkers beim Brennen eine bessere wird. Die Cemente zeigten mit steigendem Magnesiagehalt auch eine grössere Festigkeit; erst wenn der Zuwachs von Magnesia 6 Proc. überschreitet, wird die Festigkeit wieder geringer. Ebenfalls hat er die Cemente nochmals im abgelagerten Zustande geprüft und auch hier

zeigt sich, dass zwar nach vierwöchentlicher Lagerung die Volumenzunahme der Prismen im Allgemeinen eine geringere ist, geringer wie beim frischen Cement, im Übrigen jedoch dieselbe Gesetzmässigkeit herrscht. Er hat ferner zwei Handelscemente beobachtet, die 7 bis 8 Proc. Magnesia enthielten. Bei diesen ergab sich eine etwas grössere Volumenbewegung wie bei den magnesia-freien oder geringe Mengen enthaltenden, aber nur bei den reinen Cementen ohne Sandzusatz. Diese Cemente, mit 3 Th. Sand gemischt, zeigten normales Verhalten, auch bei diesen hat eine nennenswerthe Volumenveränderung bis jetzt nicht stattgefunden. Er hat ferner Versuche mit dem bekannten Trubenhäuser Material gemacht, indem er dasselbe, sehr fein gemahlen und sorgfältig gemischt, bis zur vollkommenen Sinterung brannte. Die aus dem so erhaltenen Cement ohne Sandzusatz gefertigten Prismen zeigten eine geringe Dehnung, bei Zusatz von 3 Th. Sand ist diese Dehnung gleich Null, trotz eines Magnesiagehalts von 28 Proc. Dasselbe Material, ohne vorherige Mahlung und Mischung, zeigt im Gegensatz zu den oben angeführten Proben eine gewaltige Dehnung. Die Prismen von 10 cm Länge haben sich um 8 mm gedeht.

R. Dyckerhoff machte schon darauf aufmerksam, dass selbst stark magnesia-haltige Cemente sich lange Jahre an der Luft gut erhalten können, während dieselben Cemente im Wasser in weit kürzerer Zeit treiben. In Folge dieser Erfahrung legte er das Tischplattenstück aus Cement, welches von innig gemischtem Trubenhäuser Rohmaterial hergestellt und bis dahin, d. h. drei Jahre, ohne Risse geblieben war, in's Wasser und sind jetzt, nach 14monatlicher Lagerung im Wasser, Treibrisse daran sichtbar. Die Magnesia hat also auch bei inniger Mischung des Trubenhäuser Materials beim Liegen des Mörtels im Wasser nach längerer Zeit ihre nachtheilige Wirkung geäussert. Ebenso ist dies der Fall gewesen bei stark magnesia-haltigen Cementen des Handels, welche durch künstliche Mischung der Rohmaterialien erzeugt waren.

Gehalt des Ce- mentes an MgO	Zug 1:3 nach Mon.			Druck nach Mon.		
	1	6	12	1	6	12
4	13,5	22,5	31,3	108	170	212
5	0	12,0	17,3	—	—	—
6	14,5	24,0	27,0	108	160	211
7	6,0	15,0	21,0	0	60	98
8	7,0	15,0	24,5	75	130	179
10	—	—	—	—	—	—

Ausdehnung in  $\frac{1}{1000}$  mm von Stäben von 10 cm Länge nach

No.	10 Tagen	4 Mon.	10 Mon.	12 Mon.	14 Mon.	16 Mon.
1	+ 20	+ 24	+ 16	+ 24	+ 8	+ 12
2	0	— 8	— 12	— 4	+ 8	+ 16
3	+ 12	+ 8	0	+ 12	— 20	0
4	+ 8	0	— 8	— 12	— 32	— 28
5	+ 4	— 12	— 28	— 28	— 44	— 44
6	0	— 8	— 12	— 12	— 12	0

Meyer hat die Untersuchungen hauptsächlich so gemacht, dass Magnesiaäquivalent für Kalk in Rechnung gebracht wurde (Tabellen).

Die Magnesia hat also bislang keine Ausdehnung, sondern ein Schwinden verursacht; ebenso ist Rückgang in der Festigkeit bislang nicht eingetreten. Die Cemente bis 6 Proc. Magnesia zeigen nach jeder Seite hin ein normales Verhalten.

Schiffner hat bis jetzt bei Cement mit Magnesia keine aussergewöhnliche Dehnung gefunden.

Die Ausdehnung des Cements mit 6,97 Proc. Magnesia betrug in reinem Zustande in den ersten 11 Monaten 0,08 mm. Vom 11. bis 14. Monat fand eine weitere Ausdehnung nicht statt. Die Prismen dieses Cementes mit 3 Th. Sand, welche normenmässig in die Formen geschlagen waren, längten sich nur in den ersten 4 Monaten und zwar um 0,045 mm. Vom 4. bis 13. Monat war Stillstand eingetreten.

Schumann prüfte den Einfluss verschiedener Flüssigkeiten auf die Erhöhung von Portlandcementmörtel.

Als Versuchsfüssigkeiten boten die verschiedenen Ölarten insofern Interesse, als man in Bezug auf die Haltbarkeit des Cementmörtels gegenüber den Ölen in technischen Kreisen ziemlich abweichenden Ansichten begegnet. Es wurden daher mit einigen Ölsorten Versuche angestellt in der Weise, dass normengemäss hergestellte Zugprobekörper aus 1 Cement : 1 Sand sowie aus 1 Cement : 3 Sand der Wirkung der Öle durch Einlegen der Proben in dieselben ausgesetzt wurden. Später wurde dann die Festigkeit in gewissen Zeitschnitten bestimmt. Geprüft wurde das Verhalten von Petroleum, Vulcanöl und Rüböl. Es sind ferner zwei Versuchsreihen ausgeführt worden, welche sich dadurch unterscheiden, dass bei der ersten Reihe die Proben nach siebentägiger Erhöhung im Wasser eine dreiwöchentliche Austrocknung in warmer Luft bei etwa 30° erfuhren, also ohne erneute Wasserzufuhr blieben, während bei der zweiten Reihe die Probekörper nach siebentägiger Erhöhung im Wasser 2 Wochen bei ge-

wöhnlicher Temperatur an der Luft erhärteten und jeden Tag  $\frac{1}{2}$  Stunde unter Wasser gelegt wurden:

keit erreicht als im Wasser, eine Erscheinung, die Sch. sich bis jetzt nicht zu erklären vermag. Auch das Petroleum zeigt gegen-

Erhärtungs- dauer	1 Cement : 1 Sand				1 Cement : 3 Sand				Bemerkungen
	Wasser	Petroleum	Vulcanöl	Rüböl	Wasser	Petroleum	Vulcanöl	Rüböl	
Versuchsreihe I.									
8 Wochen	34,8	34,3	35,0	26,4	27,5	26,4	25,4	20,1	
26 -	37,0	33,4	35,7	21,6	28,5	26,0	26,8	—	Die Probekörper erhärteten 1 Woche i. Wasser, 3 Wochen an der Luft bei ca. 30° und wurden dann in Wasser bez. in die verschiedenen Ölsorten gebracht.
52 -	44,4	34,1	31,1	19,5*)	33,3	27,6	22,3	—	
Versuchsreihe II.									
8 Wochen	34,4	34,7	—	39,6	28,4	28,1	—	26,3	
26 -	40,3	38,9	—	45,1	31,0	30,9	—	19,0*)	Die Probekörper erhärteten 1 Woche im Wasser, dann 2 Wochen an der Luft bei gewöhnlicher Temperatur, kamen aber jeden Tag $\frac{1}{2}$ Stunde in Wasser und wurden dann in die Ölsorten bez. unter Wasser gebracht.
52 -	46,2	44,9	—	51,3	35,3	32,0	—	22,0	

Bei Betrachtung der Zahlen ergibt sich zunächst bei der Versuchsreihe I, dass die beste Festigkeit beim Erhärten der Proben im Wasser erhalten wurde, hierauf folgt Petroleum, dann Vulcanöl und weitaus das schlechteste Resultat lieferte das Rüböl. Letzterer Umstand ist ja auch leicht verständlich, da das Rüböl ebenso wie jedes andere fette Öl, wenn es auf den Cement einwirken kann, eine Kalkseife erzeugt, was eine Erweichung und unter Umständen sogar eine Zerstörung des Cementmörtels zur Folge hat. So sehen wir, dass der Mörtel 1 Cement : 3 Sand durch Rüböl nach einem halben Jahre vollständig zerstört war. Der Mörtel 1 Cement : 1 Sand hat sich zwar erheblich besser gehalten, hat aber doch beträchtlich gelitten, wie die geringe Festigkeit (19,5 k nach einem Jahr) und der Umstand beweisen, dass die Probekörper an den Kanten mürbe waren und abbröckelten.

Ein wesentlich günstigeres Bild bietet die Versuchsreihe II, bei welcher in Folge besserer Verkittung die Proben weniger porös, bez. bei der Mischung 1 Cement : 1 Sand sogar ganz dicht waren, obgleich die Erhärtungsdauer bis zum Beginn der Einwirkung der Öle nur 3 Wochen betrug gegenüber 4 Wochen bei der Reihe I. Der weniger dichte Mörtel 1 Cement : 3 Sand hat zwar ebenfalls unter dem Einfluss des Rübols gelitten, aber in weit geringerem Grade als bei der Reihe I; er hat nach einem Jahre immer noch eine Zugfestigkeit von 22 k. Der Mörtel 1 Cement : 1 Sand hat dagegen dem Rüböl vollkommen Widerstand geleistet und sogar, im Rüböl liegend, eine höhere Festig-

über Wasser bei dieser Versuchsreihe kaum einen merkbaren Einfluss auf den dichten Mörtel 1 : 1.

Es ist noch weiter untersucht worden, wie die Öle auf den Cementmörtel einwirken, wenn die Proben nur zeitweise in die Öle versenkt wurden und zwischendurch an der Luft erhärteten. Dabei ergab sich, dass die Wirkung der Öle zwar überhaupt eine schwächere war, dass aber in der Hauptsache das Endergebniss ein ähnliches war, als wenn die Proben dauernd in den Ölen verblieben, d. h. der porösere Mörtel aus 1 Cement : 3 Sand ergab ebenfalls geringere Festigkeit und zwar verhältnismässig schlechtere Festigkeit als der dichte Mörtel 1 : 1 und die Mörtelproben, welche durch dreiwöchentliches Austrocknen in warmer Luft poröser und dem Eindringen der Öle zugänglicher geworden waren, lieferten weit schlechtere Resultate als die bei gewöhnlicher Temperatur gut erhärteten, täglich getestzten Proben.

Aus diesen Versuchen folgt also, dass die Öle um so nachtheiliger auf Cementmörtel wirken, je poröser derselbe ist, je leichter also die Öle in den Mörtel eindringen können und andererseits, dass man bei Anwendung eines undurchdringlichen Mörtels (1 Cement : 1 Sand), der durch sorgfältiges Nasshalten gut erhärtet ist, Cementarbeiten herstellen kann, die den Ölen vollkommen Widerstand leisten, so z. B. Ölbehälter, Maschinenfundamente, welche dem Einfluss der Schmieröle ausgesetzt sind u. dergl. mehr.

Ähnliche Beobachtungen wie bei den Ölen wurden auch an dem Abwasser einer Färberei gemacht. Es wurde nur festgestellt, dass das Wasser sauer reagirte und porösen

\*) Aussen abgebröckelt.

Cementmörtel ziemlich stark angriff, namentlich dann, wenn die Proben noch frisch in das Wasser gelegt wurden. Als man aber den Mörtel 1 Cement : 1 Sand nahm und diesen einige Zeit gut erhärten liess, blieben die Proben auch nach längerer Einwirkung des Wassers völlig gesund. Ein Cementfussboden mit einem Überzug aus 1 Cement : 1 Sand hat sich denn auch seit mehreren Jahren bewährt.

Die Einwirkung zweier Mineralwässer auf Cementmörtel wurde beobachtet bei Wasser aus Soden und des Kochbrunnens in Wiesbaden. Das Sodener Wasser ergab ganz ähnlich wie Seewasser bei Zugprobekörpern (1 : 3), welche in dem Wasser erhärteten, eine etwas geringere Festigkeit wie gewöhnliches Wasser, zeigte im Übrigen aber weiter keine auffallenden Erscheinungen. Das Kochbrunnenwasser von Wiesbaden bewirkte bei gewöhnlicher Temperatur nur Anfangs eine schwache Abminderung der Festigkeit; von 3 Monaten an war die Festigkeit die gleiche wie in gewöhnlichem Wasser, wie die folgenden Festigkeitszahlen beweisen.

Cement A. Gewöhnliche Temperatur. Mörtel 1 : 3.  
1 W. 4 W. 13 W. 26 W. 52 W.

Gewöhnliches  
Wasser 19,1 23,5 28,6 29,3 34,9 k/qc  
Kochbrunnen-  
wasser 18,3 21,9 28,3 29,3 34,0 -

Bei erhöhter Temperatur, welche dauernd auf 55° erhalten wurde, indem die Proben auf einem Dampfkessel aufbewahrt wurden, wirkt dagegen das Kochbrunnenwasser entschieden günstig auf die Erhärtung des Cementmörtels ein, wie dies die folgenden beiden Zahlenreihen erkennen lassen.

Cement B. Erhöhte Temperatur (55°). Mörtel 1 : 3.  
1 W. 4 W. 13 W. 26 W. 52 W.

Gewöhnliches  
Wasser 17,3 21,6 22,4 25,5 33,3 k/qc  
Kochbrunnen-  
wasser 17,5 24,7 36,3 39,6 41,0 -

Dass hier nicht etwa die höhere Temperatur allein die höhere Festigkeit der Proben veranlasst haben kann, geht aus den Zahlen für gewöhnliches Wasser hervor, welche bei gleicher Wärme erheblich niedriger sind als bei Kochbrunnenwasser.

Die Zahlen sprechen so deutlich für sich selbst, dass denselben kaum noch etwas hinzuzufügen ist. Erwähnenswerth ist nur noch, dass bei den Versuchen, obwohl die Proben in einem bedeckten Gefässen lagen, doch bisweilen durch Verdunstung das Wasser etwas concentrirter war, dass also auch die stärkere Salzlösung nur förderlich auf die Festigkeit der Proben gewesen zu sein scheint.

## Apparate.

Flüssigkeiten über der Gasflamme erhitzt, kohlensaures Calcium, Alkalicarbonate u. dgl. nehmen, wie A. Lieben (Monat. Chem. 1892 S. 286) bestätigt, Schwefelsäure auf.

Aschenanalysen. K. Wedemeyer (Arch. Pharm. 230 S. 263) zeigt, dass das von Kassner empfohlene Calciumplumbat als Sauerstoffüberträger bei Aschenanalysen die Arbeit weder abkürzt, noch überhaupt ein sicheres Resultat zu erhalten zulässt.

Wolpert's Apparat zur Bestimmung des Kohlensäuregehaltes der Luft wird von A. Wolpert (Z. Hyg. 11 S. 413) gelobt, von H. Bitter (das. S. 419) mit Recht verworfen.

Platin-Widerstandsthermometer ist nach H. L. Callendar (Phil. Mag. 32 S. 104) noch bei 1000° bis 0,1° genau (?); er fand den Schmelzpunkt des Silbers bei 981,6°, den des Goldes bei 1037°.

## Wasser und Eis.

Selbstreinigung der Flüsse. Nach L. Pfeiffer und L. Eisenlohr (Arch. Hyg. 14 S. 190) enthält die Isar nur bis 12 km unterhalb Münchens noch Beggiatoa; bis dahin reicht also nur der Einfluss des Münchener Kanalwassers.

Schädigende Wirkung von kupfersulfat- und kupfernitrathaltigem Wasser auf Boden und Pflanzen. Nach E. Haselhoff (Landw. Jahrb. 21 S. 263) wirkt Wasser mit 10 mg Kupferoxyd im Liter auf die Pflanzen schädlich.

Die Verunreinigung des Wassers eines artesischen Brunnens in Piedimonte durch eine 750 m entfernte Sulfittcellulosefabrik behauptet G. Morpurgo (Z. Nahrung. 1892 S. 211) auf Grund erstaunlich oberflächlicher Versuche.

Industrielle Verwerthung von Kälte bespricht H. Fischer (Civiling. 1892 S. 312); er gibt Anleitung zur Ausführung bez. Rechnungen.

Absorptions-Kältemaschinen bespricht A. Belani (Z. deutsch. Ing. 1892 S. 711).

## Unorganische Stoffe.

Zur Prüfung von Chlorwasser werden nach L. Winkler (Gyogysz. Közl.; Pharm. Ztg. 1892 S. 301) 0,16 g Jodkalium in einer Glasstöpselflasche in wenig Wasser gelöst, mit 50,0 g des zu prüfenden Chlorwassers versetzt und gut umgeschüttelt. Zeigt sich keine Abscheidung von Jod, so enthält das Präparat 0,4 Proc. Chlor, behält es dabei Chlorgeruch, so ist es sogar stärker. Ist dasselbe jedoch zu schwach, so scheidet sich Jod in Pulverform aus, indem kein Jodkalium mehr vorhanden ist, um es zu lösen,

gesehen werden, während die gefiederten Pfeile die Strömungsrichtung der Luft, des Gases und der Verbrennungsproducte anzeigen.

Die Regeneratoren *A* sind so eingerichtet, dass die Luft gezwungen wird, zuerst durch den einen, dann durch den anderen Raum zu streichen, welche beide mit den erforderlichen Luftventilen versehen sind. Die Luft dringt in den Regenerator *A* durch eine Öffnung *a* ein, welche mit einem Schieber *a*<sup>1</sup> zur Regelung des Querschnittes des Kanals *a*<sup>3</sup>, sowie mit einem zur Regelung der Weite der Öffnung *a* dienenden Schieber *a*<sup>2</sup> ver-

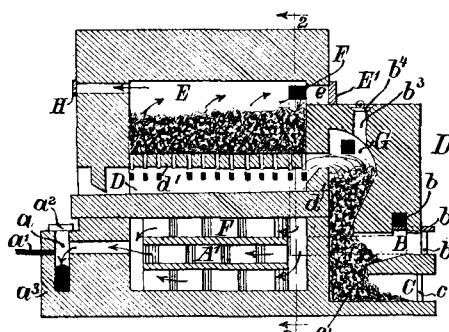


Fig. 201.

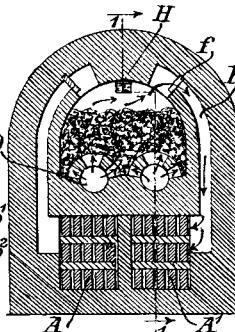


Fig. 202.

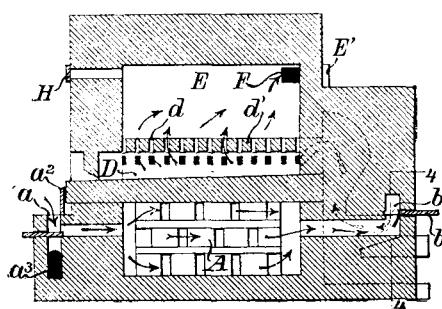


Fig. 203.

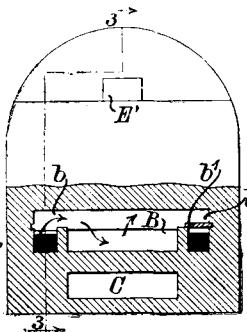
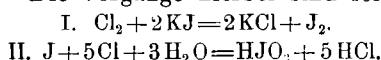


Fig. 204.

hingegen auch nicht hinreichend freies Chlor, um seine ganze Menge zu Jodsäure zu oxydiren. Die Vorgänge hierbei sind folgende:



Zur Herstellung von Aluminiumchlorid leitet C. A. Faure (D.R.P. No. 62 907) Chlorwasserstoff über glühende Thonerde und Kohle. Fig. 201 stellt einen senkrechten Längsschnitt nach der Linie 1-1 dar, Fig. 202 ist ein senkrechter Schnitt nach der Linie 2-2 und Fig. 203 ein senkrechter Längsschnitt nach der Linie 3-3; Fig. 204 ein Querschnitt nach der Linie 4-4, und Fig. 205 eine Seitenansicht und ein theilweiser Schnitt des Condensators und der dazu gehörigen Nebenapparate. Die ungefiederten Pfeile bezeichnen die Richtung, in welcher die Schnitte

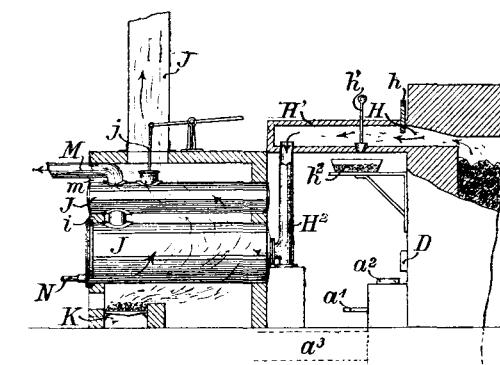


Fig. 205.

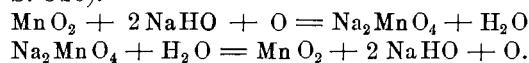
sehen ist. Die heisse Luft geht von dem Regenerator durch eine durch den Schieber *b* verstellbare Öffnung *b* in einen Herd *B* über, welcher mit einer Öffnung versehen ist, welche die Störung des Brennstoffes gestattet

und durch eine Feuerthür  $b^2$  verschlossen ist. Der Aschenraum  $C$  des Herdes wird in gleicher Weise durch eine Thür oder einen Schieber  $c$  verschlossen. Auch kann man die Asche sich bei  $c^1$  in dem Aschenbehälter ansammeln lassen, um einen Zutritt der Luft durch den Aschenraum zu vermeiden und die letztere zu zwingen, ihren Weg durch die Kanäle des Regenerators zu nehmen. Die heisse Luft, welche diese Kanäle durchströmt hat, steigt von unten nach oben durch eine Masse von hartem Koks, welcher durch die mittels des Deckels  $b^4$  verschliessbare Öffnung  $b^3$  in den Ofen eingeschüttet ist. Die Verbrennungsproducte streichen über die Brücke  $d$  hinweg, welche am vorderen Theile des Kanals  $D$  angebracht ist; von hier entweichen dieselben durch die Öffnungen  $d^1$ , welche in einem Gewölbe  $D^1$  angebracht sind, welch letzteres den Boden der das zu behandelnde Gemisch enthaltenden Kammer  $E$  bildet. Dort vermischen sich dieselben mit der in beliebiger Weise eingeführten frischen Luft, so dass durch den Verbrennungsprocess eine intensive Hitze erzeugt wird. Die Producte dieser Verbrennung streichen dann durch den Regenerator, welcher sich demjenigen gegenüber befindet, in welchen die Luft zuerst eingetreten ist, und entweichen, nachdem sie denselben erhitzt haben, durch die Esse.

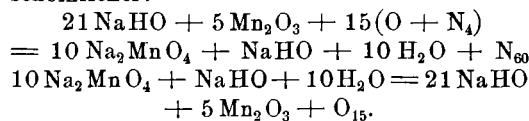
Ist die in dem Glühraum  $E$  enthaltene Masse auf die geeignete Temperatur erhitzt, so schliesst man die Kanäle des Regenerators und lässt das Gas oder den Dampf, durch eine im oberen Theil des Herdes angebrachte Öffnung  $G$  eintreten. Von dort strömt dasselbe durch den Kanal  $D$  und die Öffnungen desselben in den Boden des Glühraumes  $E$  über, in welchem es das Material von unten nach oben durchstreicht, um schliesslich durch die mittels eines in geeigneter Weise eingebrachten Registers verschliessbare Öffnung  $H$  zu entweichen. Die zu behandelnde Masse wird durch die mit einem Deckel oder einer Thür  $E^1$  versehene Öffnung  $e$  in den Glühraum eingeführt. Die gesammte Luft wird aus der zu behandelnden Masse ausgetrieben, welche lediglich der Wirkung des durch die Be- rührung der heissen Luft mit Brennstoff erzeugten Kohlenoxydes ausgesetzt ist. Man verhindert auf diese Weise eine Oxydation der Masse und die vollkommene Verbrennung der in dem Glühraum enthaltenen Kohle. Die Gase und Dämpfe, welche durch die Öffnung  $H$  hindurchtreten, gelangen in einen Kanal  $H^1$  oder eine Reihe von Röhren, wo die schweren Theile, wie Flugstaub und Eisenchlorür, sich absetzen können. Ein

Schieber  $h^1$  und der Behälter  $h^2$  gestatten die Entfernung der abgelagerten Mengen. Beim Austritt aus dem Kanal streichen die Gase und Dämpfe durch ein Rohr  $H^2$  und gelangen in einen Kühler, welcher aus zwei cylindrischen, gegenüberstehenden Kammern besteht. Die Dämpfe treten zuerst in den unteren Raum  $J$  und steigen alsdann durch das Rohr  $i$  in den oberen Kessel  $J^1$ . Die condensirbaren Bestandtheile dieser Dämpfe verbleiben in dem Condensator, während die nicht condensirbaren durch das Ventil  $j$  hindurchtreten und durch die Esse  $J$  entweichen. Hat die Condensation stattgefunden, so verflüchtigt man die condensirbaren Producte von Neuem mittels der Feuerung  $K$ , deren Verbrennungsgase den Condensator umspülen oder durchstreichen, bevor dieselben in die Esse entweichen. Die bei der Erhitzung entstehenden Gase streichen durch das mit einem Ventil  $m$  versehene Rohr  $M$  und werden von dort zur Verwendungsstelle geführt. Der innere Raum des Condensators kann nach Belieben durch ein mit einem Hahn versehenes Rohr  $N$  luftleer gepumpt werden.

**Sauerstoffgewinnung.** Auch Fanta (J. Ch. Ind. 1892 S. 312) legt seinem Verfahren die von Tessie du Motay angegebene Manganatreaction zu Grunde (vgl. d. Z. S. 346).



Fanta hält folgende Vorgänge für wahrscheinlicher:



Er hält es ferner nicht für nöthig, wie dies Parkinson vorschreibt, das Manganat, um seine Porosität und Feuerbeständigkeit zu erhöhen, mit Thon zu mischen, sondern erreicht angeblich seinen Zweck dadurch, dass das Material in möglichst körnigen Zustand gebracht wird, und es ist auf möglichste Herabminderung der Schmelzbarkeit desselben zu sehen. Bei den vorbereitenden Arbeiten kommt es also zunächst darauf an, das Material, bevor es in die eigentlichen Zersetzungsgefäße gebracht wird, mindestens so hoch zu erhitzen, als es während der später vorzunehmenden, ununterbrochen sich ablösenden Oxydations- und Reductionsprocesse erhitzt werden muss.

Das Manganat wird auf nassem Wege hergestellt. Das getrocknete und geblühte Product wird dann nochmals nach vorgängiger Zerkleinerung mit einer 5 bis 10 proc. Natron-

lauge zu einem steifen Brei angerührt, getrocknet, erst langsam höher erhitzt und schliesslich in Tiegeln auf Weissglut gebracht. Man erhält so ein poröses, körniges und unschmelzbares Product. Da die während des Prozesses der Sauerstoffgewinnung zu verbrauchende Luft stets etwas Wasser enthält und dieses sehr zur Unzeit seine reducirende Wirkung ausübt, so wird es nach einer Reihe von Reductions- und Oxydationsoperationen nötig, eine verlängerte Oxydationsperiode einzuschalten. Der während der Reductionsperioden zu verbrauchende Dampf muss völlig trocken sein. Die Temperatur desselben ist etwas höher zu halten als die des zu zersetzenen Materials. Bei

lothrecht angeordneter Rohre  $E$  zugeführt. Letztere enthalten gebrannten Kalk, welcher die Feuchtigkeit der Luft zurückhält. Die getrocknete und schon einigermaassen vorgewärmte Luft sammelt sich wieder in dem Rohre  $N$ , um von hier aus durch den Feuerraum und das Einlassventil  $K$  dem Rohre  $H$  zugeführt zu werden. Dieses hat die Aufgabe, die Luft auf eine Reihe von 8 Retorten zu vertheilen, welche in schräger Anordnung zu unterst im Ofen liegen. Die hochliegenden Austrittsöffnungen dieser 8 Retorten stehen mit entsprechenden Lufteinlassöffnungen einer zweiten, ebenfalls schräg nach aufwärts gerichteten Reihe von 8 Retorten, an welche in gleicher Weise eine gleiche

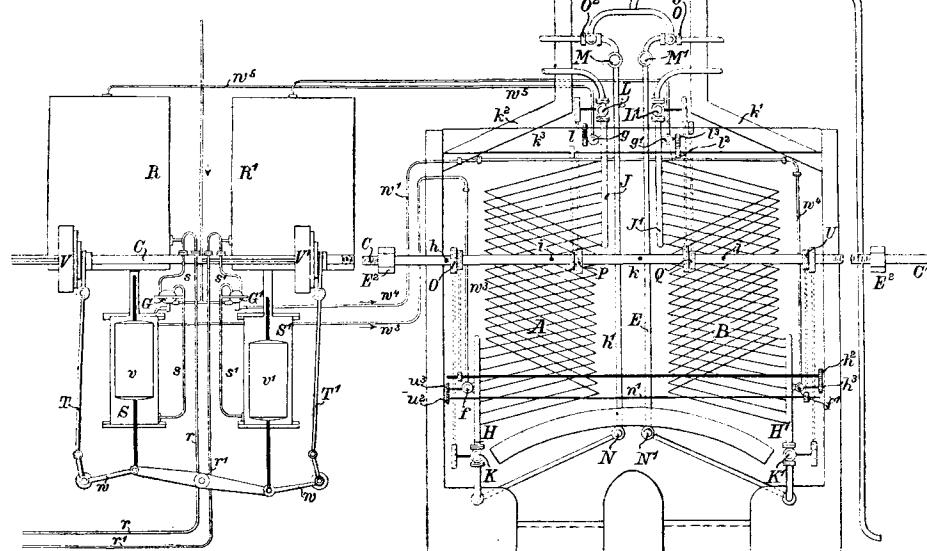


Fig. 206.

Innehaltung dieser Bedingungen, und besonders, wenn man die Oxydationsluft vor ihrer Einführung in die Retorten gut trocknet, kann man das Manganat sehr lange in seinem ursprünglichen, wirksamen Zustande erhalten.

Der Haupttheil des Apparates (Fig. 206) besteht aus einem Erhitzungsraume von rechteckigem Querschnitte, in welchen die Retorten in zwei oder mehreren Reihen eingesetzt sind ( $A$  und  $B$ ). Nachdem die Retorten (Fig. 207 und 208) mit dem nach obigen Vorschriften hergestellten Materiale gefüllt sind und eine Temperatur von  $400^{\circ}$  bis  $450^{\circ}$  erreicht haben, wird durch die Retortenreihe  $A$  Luft hindurchgepumpt. Die von dem Gebläse kommende Luft wird durch den Zweiwegehahn  $O'$  zuerst dem liegenden Rohre  $M$  und von hier aus einer Reihe

Anzahl noch höher liegender Apparate angeschlossen ist, in Verbindung. Die obersten Retorten münden in ein gemeinschaftliches Sammelrohr  $J$ , von welchem aus die sauerstoffarme Luft durch das Ventil  $L$  entlassen wird. Es bedarf wohl kaum einer Erwähnung, dass während dieser Zeit die an  $H$  sich anschliessende Dampfzuleitung durch das Ventil  $f$  und die von  $J$  abgehende Sauerstoffgasleitung durch das Ventil  $g$  von den Retorten abgesperrt werden.

Gleichzeitig spielen sich nun in der Retortenbatterie  $B$  folgende Vorgänge ab:

Durch geeignete Stellung des Zweiwegehahnes  $O'$  werden die an das liegende Verbindungs- und Vertheilungsrohr  $M'$  sich anschliessenden, mit Kalk gefüllten Rohre  $E'$  mit der freien Luft in Verbindung gebracht, damit das in einer vorausgegangenen Oxy-

dationsperiode aufgenommene Wasser aus dem Kalk während der nun folgenden Reductionsperiode, während welcher die Trockenrohre  $E'$  unbeschäftigt sind, aber doch mit der Retortenreihe  $B$  zusammen genügend hoch erhitzt werden, ausgetrieben werden kann. Die Ventile  $K'$  und  $L'$  bleiben geschlossen. Durch das Ventil  $f'$  tritt nun überhitzter Dampf ein, welcher die 24, zu 3 Reihen angeordneten Retorten  $B$  durchströmt, die darin enthaltenen Manganate in der erwähnten Weise reducirend. Der hierbei in Freiheit gesetzte Sauerstoff wird aus den Mündungen der obersten Retortenreihe durch das Sammelrohr  $J'$  und das Ventil  $g'$  dem Kühler zugeführt.

ginnt, wird derselbe bei seinem Durchgange durch den Kühler zu Wasser verdichtet, welches Schluss der Ventile verursacht, so dass von nun an kein Dampf mehr in die Retortenreihe eintreten kann; aller in letzterer noch vorhandener Dampf destillirt in den entsprechenden Kühler über, indem er hier in Folge seiner Verflüssigung ein Vacuum erzeugt. Das in dem unteren Theile des Gefässes  $S$  befindliche Wasser wird nun durch das Rohr  $s$  aufgesogen; der Schwimmer  $v$  sinkt also. Gleichzeitig steigt der Schwimmer in dem zur zweiten Retortenabtheilung gehörenden Gefäss  $S'$ , wodurch dasselbe Spiel für diese Abtheilung eingeleitet wird.

Von dem Waschapparate  $W$  wird das

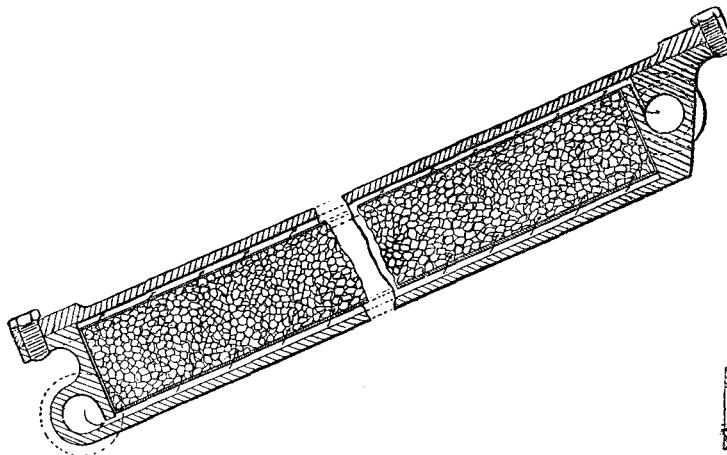


Fig. 207.

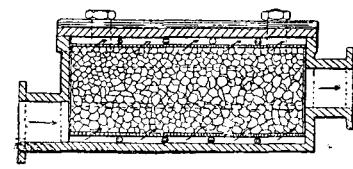


Fig. 208.

Nach Beendigung der Reductionsperiode in der einen, und der Oxydationsperiode in der anderen Retortenreihe wird die Umschaltung sämmtlicher Ventile gleichzeitig von einer Welle  $C$  aus besorgt, wobei die Ventile  $G$  und  $G'$  eine wichtige Rolle spielen. Diese Ventile, deren Construction die gleiche ist, sind zwischen die Dampfüberhitzer und die Ventile  $f$  und  $f'$  eingeschaltet. Der von den Überhitzern kommende Dampf tritt durch den in die untere Kammer des durch das Diaphragma in zwei Kammern getheilten Ventilkörpers, und findet erst durch das geöffnete Ventil seinen Weg zu einer der Retortenabtheilungen. Der Einlassstutzen der oberen Kammer steht mit dem oberen Theile des von einem der Kühler  $R$  kommenden Zweigrohres  $s$  in Verbindung. Der Austrittsstutzen steht mit einem der Gefässer  $S$  (enthaltend Schwimmer  $v$ ) in Verbindung. So lange nun von der entsprechenden Retortenabtheilung Sauerstoff kommt, findet derselbe seinen Weg durch die Rohre  $r$  direct zu den Waschapparaten. Sobald aber die Reduction beendigt ist, also Wasserdampf dem Sauerstoffe zu folgen be-

Gas natürlich zu den Gasometern und den Condensatoren geleitet.  $B$ .

Chlor und Ätnatron will die Caustic Soda and Chlorine Syndicate Limited (D.R.P. No. 62 912) durch Elektrolyse von Kochsalzlösungen gewinnen.

Fig. 209 und 210 zeigen in senkrechtem und wagerechtem Schnitt eines solcher Gefässer mit rundem Querschnitt zur Herstellung von Ätnatron und Chlor; Fig. 211 in Seitenansicht drei dieser Gefässer in Verbindung mit zur Ausführung des Verfahrens gehörigen Behältern und Pumpen, während Fig. 212 und 213 ein Gefäss mit länglichem Querschnitt in Seitenansicht mit theilweisem Schnitt und im Grundriss (bei letzterem ist der Deckel entfernt gedacht) zeigen.

Die Aussenwand  $a$  (Fig. 933) des Elektrolysisgefäßes ist, wenn dieselbe aus Kupfer besteht, mit einer inneren Verkleidung  $b$  aus Kohle versehen; falls die Aussenwand aus Eisen besteht, kann die Innenverkleidung fehlen. Die Gefässwand dient auch als Kathode und deren Endklemme  $c$  ist mit dem negativen Pol einer Dynamomaschine

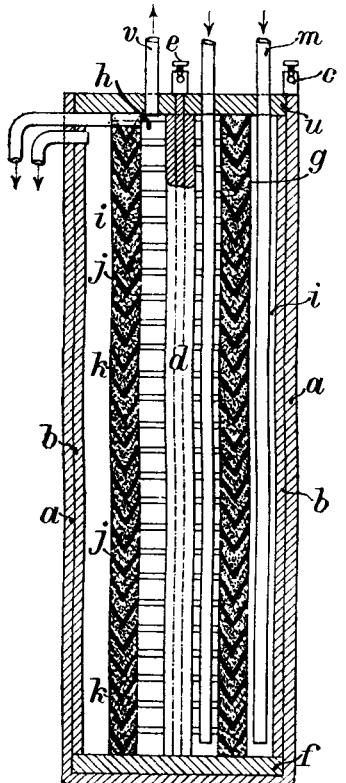


Fig. 209.

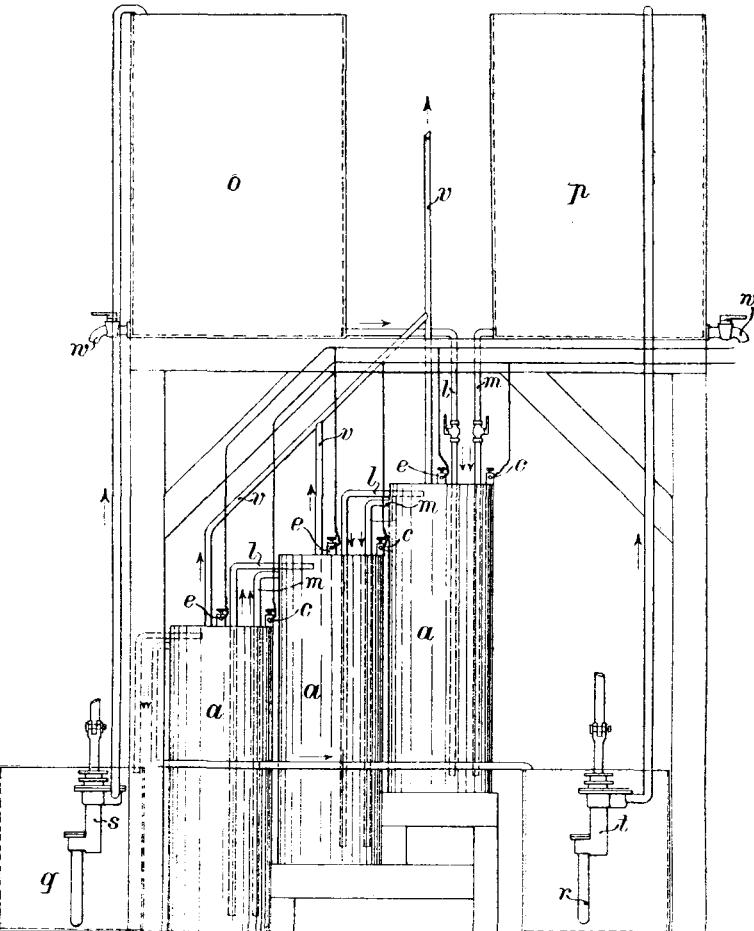


Fig. 211.

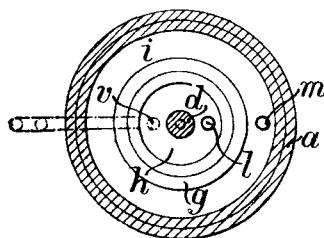


Fig. 210.

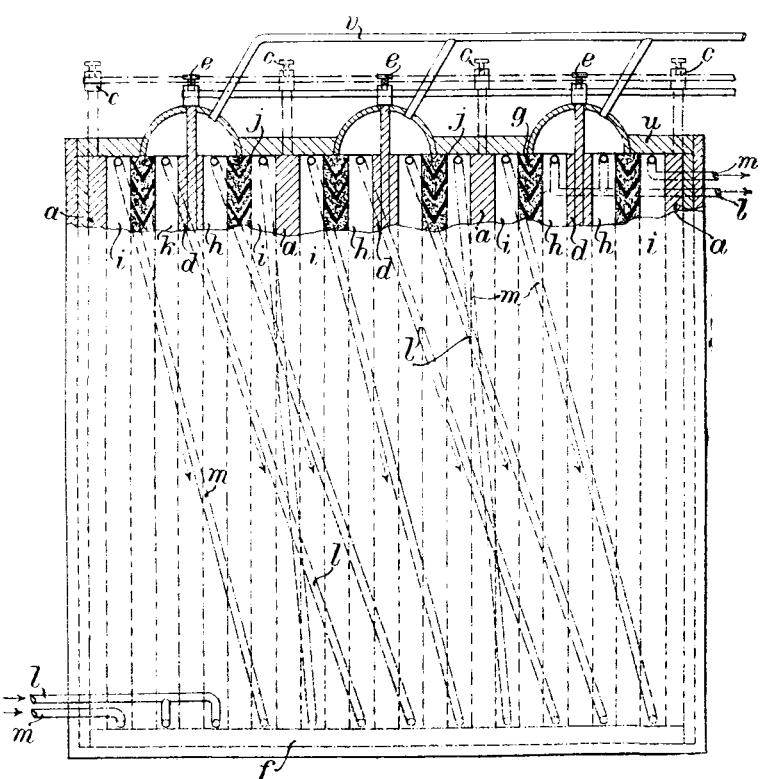


Fig. 212.

oder einer anderen Elektricitätsquelle verbunden. In der Mitte dieses Gefässes ist ein Metallkohlecyylinder *d* senkrecht angeordnet, welcher gleichzeitig die Anode bildet, deren Endklemme *e* mit dem positiven Pol der betreffenden Elektricitätsquelle bez. Dynamomaschine in Verbindung ist.

Die Metallkohle kann man zweckmässig herstellen, indem man die mit einander zu vereinigenden Flächen zweier Kohlenplatten elektrolytisch mit einem Metallüberzug, so von Kupfer, versieht und den etwaigen Kupferüberzug in bekannter Weise verzinnt. Darauf werden die Kohlenplatten derart in eine Gussform gestellt, dass sie mit den metallisierten Flächen einander zugekehrt sind, aber

sind. Diese Tröge sind in einander und über einander angeordnet, um so die Diffusion des in dem Anodenraum *h* entwickelten Chlorgases in den Kathodenraum *i* zu verhindern und die in den genannten Räumen freigesetzten Verbindungen möglichst vollkommen von einander getrennt zu halten. Beide Räume *h* und *i* werden zu Anfang mit einer Lösung von Natriumchlorid gefüllt, welche man in dieselben von unten her durch in dem Boden angeordnete Rohre *l* und *m* aus den entsprechenden Behältern *o* und *p* einfließen lässt.

Die Flüssigkeit steigt schnell aufwärts und wird vermittels des durch dieselbe hindurchgeföhrten elektrischen Stromes zersetzt;

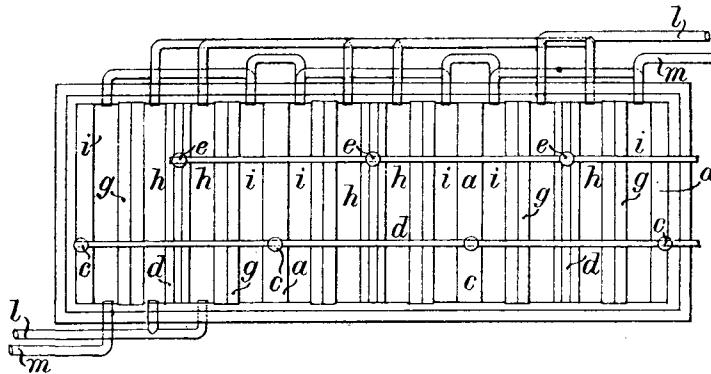


Fig. 213.

noch einen freien Raum zwischen sich lassen, alsdann wird dieser Raum durch Eingießen von geschmolzenem Metall (z. B. Letternmetall) ausgefüllt, welches sich innig mit beiden Kohlenplatten vereinigt.

Da nun viele Kohlenplatten durch ihre geringere oder grössere Porosität den Metallkern gegen die Angriffe des entwickelten Chlors nicht schützen, so empfiehlt es sich, die Kohle unporös zu machen, was vortheilhaft dadurch geschehen kann, dass man die Oberfläche der Metallkohle mit einer Paste, zweckmässig aus Bleisuperoxyd, einreibt und dann glättet, bis dieselbe glänzend erscheint.

Die Anode *d* ist von der Kathode *a* durch Schiefer oder eine andere isolirende Platte *f*, welche auf den Boden des Gefässes gelegt ist, isolirt. In passender Entfernung ist zwischen der Anode *d* und der Kathode *a* eine poröse Zwischenwand *g* angeordnet, welche das Gefäss in einen Anoden- oder Chlorraum *h* und einen Kathoden- oder Natronraum *i* theilt. Das Diaphragma wird gebildet durch eine Anzahl von V-förmigen Porzellantrögen *j*, welche mit Asbestfaser *k* oder anderem geeigneten porösen Material, wie mit einer gewissen Menge von gepulvertem Speckstein, gefüllt

hierbei wird in dem Anodenraum *h* Chlor entwickelt und in den Kathodenraum *i* Ätznatron gebildet. Der Lösungsstrom kann in bekannter Weise selbstthätig geregelt und gleichmässig erhalten werden, indem man z. B. die Zuleitungsbehälter *o* und *p* in geeigneter Höhe aufstellt, wie in Fig. 935 gezeigt, und indem man die Grösse so anordnet, dass die beiden Lösungen durch die entsprechenden Räume der ganzen Gefässreihe hindurch und alsdann in Ausflussbehälter *q* *r* ausfliessen können, von wo man dieselben durch geeignete Pumpen *s* *t* zurück nach den Zuleitungsbehältern *o* und *p* führen kann; dieser Kreislauf wird so lange fortgesetzt, bis die Flüssigkeiten genügend zersetzt sind und die Ätznatronlösung die gewünschte Stärke erhalten hat. Hierbei wird die Kochsalzlösung in dem Behälter *p* allmäthlich zu Natronlauge umgewandelt. Jedes elektrolytische Gefäss kann durch einen Deckel *u* aus Porzellan oder dgl. verschlossen werden. Rohre *v* führen das in den Anodenräumen *h* entwickelte Chlorgas fort. Ablasshähne *w* dienen erforderlichenfalls zum Auslassen des Gefässinhaltos *o* und *p*.

Bei Anwendung eines elektrolytischen Gefässes mit länglichem Querschnitt, wie in Fig. 936 und 937 veranschaulicht, ist

dasselbe durch die Anoden- und Kathodenplatten  $d$  und  $a$ , welche wie die porösen Zwischenwände  $g$  quer durch den Behälter bis zu den Seitenwänden desselben reichen, in eine Reihe Anoden- und Kathodenräume getheilt. Die Kathoden bilden bei diesem Beispiel nicht die Gefäßwände und sind auch in vorliegendem Fall nicht mit Kohle bedeckt. Die Rohre  $l$  und  $m$  sind so angeordnet, dass die Lösungen durch ihre entsprechenden Räume fliessen können, wobei Chlor und Ätnatron in analoger Weise, wie oben beschrieben, gebildet und aufgesammelt wird.

Concentration von Salpetersäure. Nach A. Erouard (D.R.P. No. 62714) wird die bei der Nitrirung organischer Stoffe abfallende Mischsäure oder andere verdünnte Säure mit Schwefelsäure gemischt in den Trichter  $a$  (Fig. 214 und 215) des guss-

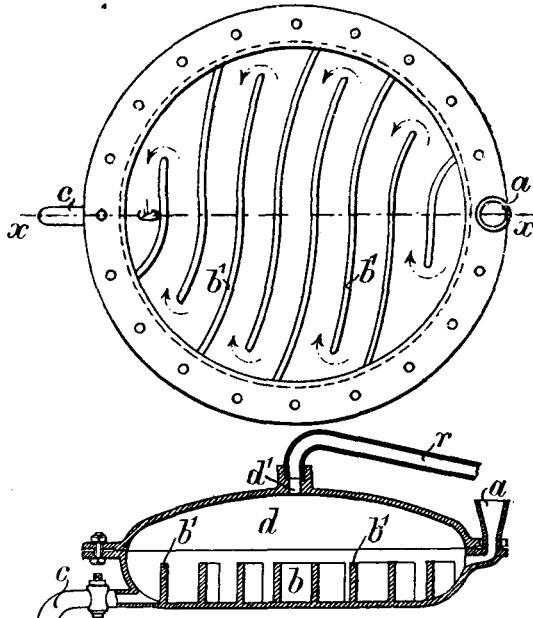


Fig. 214 und 215.

eisernen Apparates  $b$  eingeleitet, dessen Leisten  $b'$  dem Säuregemisch einen möglichst langen Weg vorschreiben. Die abdestillirende Säure wird durch das in den Ansatz  $d'$  des Deckels  $d$  eingesetzte Rohr  $r$  zu entsprechenden Kühlern geleitet, während die verdünnte Schwefelsäure bei  $c$  abfliest.

Statt der das Wasser anziehenden Schwefelsäure sollen auch concentrirte Laugen von Chlorcalcium oder Chlormagnesium verwendet werden können.

Albumin-Diaphragma für elektrolytische Zellen, besonders zur Zerlegung von Chloralkalien. A. Riekmann (D.R.P.

No. 63116) löst 1 Th. Blutalbumin in 2 Th. Wasser von 30°. Soll das Diaphragma ausschliesslich aus Albumin bestehen, so breitet man die Lösung auf einer geölten Glasplatte aus, deckt eine geölte Glasplatte darauf und coagulirt das Albumin zwischen den Platten durch Erwärmung mit trockenem Dampf in einem Trockenschrank, wonach man die Platten wieder wegnimmt.

Soll das Diaphragma mit einer Verstärkungslage versehen werden, so bringt man die Albuminlösung auf Papier o. dgl., indem man es in die Lösung taucht bez. durch dieselbe zieht, oder indem man die Lösung mittels Pinsels o. dgl. aufstreicht. Zur Coagulirung des Albumins wird dann das Diaphragma im feuchten Zustand oder, nachdem man es zuvor hat trocken werden lassen, mit trockenem Dampf oder in der bekannten Weise mit Metallsalzlösungen behandelt. Die Verstärkungslage kann auf einer oder auf beiden Seiten mit Albumin bedeckt werden; man kann auch zwei Verstärkungslagen je auf einer Seite mit dem Albumin bedecken und dann beide Stücke mit der Albuminseite auf einander legen, so dass das Diaphragma aus einer inneren Albuminlage und zwei äusseren Verstärkungslagen zusammengesetzt ist.

Zur maassanalytischen Bestimmung von Eisenoxydsalzen versetzt H. Moraht (Z. anorg. Ch. 1892 S. 211) die Lösung mit etwas Rhodankalium und 50 cc Äther und lässt nun so lange Norm.-Ferrocyanikaliumlösung zufliessen, bis die rothe Färbung des Äthers verschwindet.

Schwefelwasserstoffwirkung. Ummfassende Versuche von K. B. Lehmann (Arch. Hyg. 14 S. 135) ergeben 0,01 Proc. Schwefelwasserstoff in der Luft als höchsten Werth für längeren Aufenthalt, 0,02 bis 0,03 Proc. als höchste Grenze für Aufenthalt bis zu 2 Stunden für die Fabrikpraxis. Schon 0,1 Proc. wirken rasch tödtlich.

Rauchloses Schiesspulver erhält man nach H. Kolf (D.R.P. No. 62159), indem man das nach Pat. 56786 (d. Z. 1891, 306) aus den genannten Kohlehydraten bez. Cellulose erhaltene Product mit Nitromelasse, Nitrozucker bez. Nitroglycerin entweder direct oder mit Hülfe eines Lösungsmittels, wie Campheröl, Essigäther, Aceton, Methylalkohol, Äthylalkohol, Nitrobenzol, Äther vereinigt, u. U. mit Anwendung eines Zusatzes von Anilin bez. festem Kohlenwasserstoff, wie Paraffin.

Schädlichkeit von Soda staub und Ammoniak für die Pflanzen. Nach M. Bömer, E. Haselhoff und J. König (Landw. Jahrb. 21 S. 407) leiden durch Soda staub Kartoffeln und Klee am meisten, ferner Weizen, Hafer und Roggen mehr als Gerste. Unter den Bäumen sind die Obstbäume am empfindlichsten.

Kirschen- und Pflaumenbäume leiden, wenn 1 cbm Luft 70 bis 86 mg Ammoniak enthält; Eichen ertragen selbst 240 mg Ammoniak.

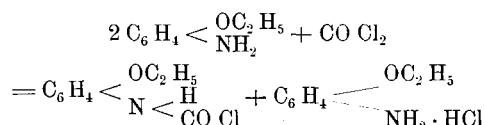
### Organische Verbindungen.

Isomerieverhältnisse innerhalb der Limonen-Reihe untersuchte eingehend O. Wallach (Lieb. Ann. 270 S. 171).

Terpene und ätherische Öle bespricht O. Wallach (Lieb. Ann. 269 S. 326) in einer 19. Abhandlung, besonders die Campher- und Fenchon-Reihe.

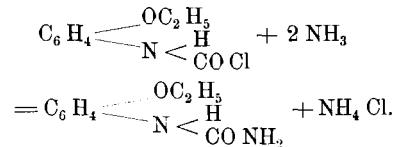
Braunkohlentheer. F. Heusler (Ber. deutsch. G. 1892 S. 1665) untersuchte die bei der Destillation des Braunkohlentheeres in Webau auf Veranlassung von Dr. Krey besonders gesammelten leichtest siedenden Bestandtheile. In der nach Behandeln mit Schwefelsäure bei 80 bis 93° siedenden Fraction wurde Benzol und Toluol nachgewiesen. Der Gehalt an aromatischen Kohlenwasserstoffen nimmt mit steigendem Siedepunkt ab, während die Menge der gesättigten Fettkohlenwasserstoffe zunimmt. Terpene, Inden und Cumaron waren nicht zugegen, wohl aber Naphtalin.

Zur Darstellung von p-Phenetol und p-Anisolcarbamid wird nach J. Berlinerblau (D.R.P. No. 63485) 1 k p-Phenetidin in einem geeigneten Lösungsmittel, z. B. in der zwei- bis dreifachen Menge Benzol oder Toluol nach und nach in 2,5 k einer 20 proc. Benzol- oder Toluollösung von Phosgen gegossen. Es scheidet sich sofort salzaures Phenetidin aus:



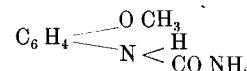
Dasselbe wird nach einiger Zeit (vortheilhaft nach  $\frac{1}{2}$  bis 1 Stunde) von der Lösung abfiltrirt.

In das Filtrat wird die 2 Mol. entsprechende Menge Ammoniak eingeleitet; man kann auch das Filtrat mit wässrigem Ammoniak schütteln:



Darauf wird das Lösungsmittel abdestillirt, der zurückbleibende p-Phenetolcarbamidrückstand mit kaltem Wasser ausgewaschen und aus kochendem Wasser umkristallisiert. Das p-Phenetolcarbamid bildet im reinen Zustande weisse Nadeln vom Schmelzpunkt 160°, welche in kaltem Wasser schwer, in heissem Wasser dagegen, wie auch in allen gewöhnlichen Lösungsmitteln, als Alkohol, Äther, Benzol u. dergl., leicht löslich sind.

Ersetzt man das p-Phenetidin durch das p-Anisidin, so erhält man das entsprechende, ebenfalls stark süß schmeckende p-Anisolcarbamid:



Die Amidoderivate dieser Carbamide, welche man erhält, wenn man diese Carbamide zu dem Mononitroderivat nitrit und durch Reduction mit Zinn und Salzsäure in die Amidoverbindung überführt, zeigen ebenfalls süßen Geschmack.

Verfahren zur Darstellung von Salicylsäureacetylamidophenylester (Acetylaminodosalol) der Farbenfabriken vorm. Fr. Bayer & C. (D.R.P. No. 62533) besteht darin, dass man den Salicylsäurenitrophenylester reducirt und den so erhaltenen Salicylsäureamidophenylester (Amidosalol) acetyliert.

Vanillin. Nach Haarmann & Reimer (D.R.P. No. 63027) wird bei der Oxydation von Acetogenol, wie von Acetisoeugenol und Isolirung des dabei gebildeten Vanillins durch Natriumbisulfit ein Vanillin gewonnen, das zuweilen grössere Mengen von Vanillylcabonatsäure:



enthält. Beide Verbindungen werden von wässriger Natriumbisulfitlösung leicht aufgenommen und dadurch ätherischen Lösungen gleichzeitig entzogen.

Das Vanillin lässt sich von der Vanillylcabonatsäure trennen: 1. indem man die ätherische Lösung beider Verbindungen mit Wasser schüttelt, in welchem man Magnesiumcarbonat oder ein Erdalkalcarbonat suspendirt oder Natrium-, besser Kaliumbicarbonat aufgelöst hat, wobei die Vanillylcabonatsäure als Salz in die wässrige Lösung übergeht, oder 2. indem man eine concentrirte wässrige Lösung der Doppelverbindungen von saurem

schwefigsaurem Natron mit Vanillin und Vanilloylcarbonsäure fractionirt mit Alkohol fällt. Die Doppelverbindung der Vanilloylcarbonsäure wird dabei zuerst gefällt.

Die aus ihrer Salzlösung oder der Natriumbisulfit-Doppelverbindung in Freiheit gesetzte Vanilloylcarbonsäure wird in Äther aufgenommen und kann aus Benzol umkristallisiert werden, wenn man den beim Verdampfen des Äthers bleibenden Rückstand zur Verjagung von Wasser, Alkohol, Äther o. dgl. einige Zeit im luftverdünnten Raum bei etwa 50° erhitzt. Die so behandelte Verbindung wird durch Umkristallisiren aus Benzol in wasserhellen Prismen gewonnen, welche Krystallbenzol enthalten.

Die bei 100° getrocknete Vanilloylcarbonsäure schmilzt bei 133 bis 134°. Sie löst sich unschwer, und zwar mit gelber Farbe, in Wasser, leicht auch in Alkohol, Äther, Benzol und Chloroform, schwer in Ligroin. Sie ist als  $\alpha$ -Ketonsäure gegen Wasser, Alkalien und Säuren ziemlich beständig, zerfällt aber bei dem Erhitzen über ihren Schmelzpunkt glatt in Kohlensäure und Vanillin.

Das Vanillin wird dementsprechend aus der Vanilloylcarbonsäure erhalten durch Erhitzen der letzteren über ihren Schmelzpunkt.

Aus Berberin entstehende Pyridincarbonsäuren untersuchte R. Mayer (Monat. Chem. 1892 S. 344).

Die desinficirende Wirkung der Kresole stellte H. Hammer (Arch. Hyg. 14 S. 116) fest.

Chinaalkaloide. A. Claus (Lieb. Ann. 269 S. 232) berichtet über zahlreiche Untersuchungen zur Feststellung der Constitution der Chinaalkaloide.

Zimtblätteröl enthält nach J. Weber (Arch. Pharm. 230 S. 241) als Hauptbestandtheil Eugenol, in geringer Menge ein Terpen und Zimtaldehyd; Pinen und Cineol scheinen in dem Zimtblätteröl nicht vorhanden zu sein. Das ursprünglich als Zimmtwurzelöl bezeichnete Handelsproduct enthält ebenso wie das ätherische Öl der Zimtblätter als Hauptbestandtheil Eugenol, ausserdem Safrol, sowie Benzaldehyd in geringer Menge. Im Vergleich zum Zimtblätteröl enthält es eine bedeutend grössere Menge von Terpenen.

Digitalin. Nach H. Kiliani finden sich ausser dem Digitonin und den wirksamen Stoffen in den bisherigen käuflichen Digitalinsorten, insbesondere in dem „Digi-

talinum pur. pulv.“, mindestens noch zwei, völlig amorphe Glycoside. Das Digitalein Schmiedeberg's ist sicher ebenfalls ein Gemenge, dessen Wirkung auf die Herzthäufigkeit vielleicht durch seinen Gehalt an einem besonderen, bis jetzt noch nicht rein zu erhaltenden Glycoside, vielleicht aber auch nur durch eine schwer ganz zu beseitigende Beimengung von Digitalin bedingt wird. Dagegen ist Schmiedeberg's „Digitalin“ ein wahres chemisches Individuum, welches in ausgesprochenem Maasse die charakteristische Herzwirkung besitzt. Die Prüfung des von Boehringer gelieferten „Digitalin. verum“ wird beschrieben.

Kuromojiöl enthält nach W. Kwasnik (Arch. Pharm. 230 S. 265) Rechtslimonen, Dipenten, Terpineol und Carvol.

Berberisalkaloide. Berberin und Hydroberberin, besonders die Einwirkung von Brom untersuchten E. Schmidt und C. Link (Arch. Pharm. 230 S. 287).

Zur Darstellung von p-Chlor-m-nitrobenzaldehyd wird nach H. Erdmann (D.R.P. No. 62180) 1 k p-Chlorbenzaldehyd in 6 k concentrirter Schwefelsäure gelöst und allmählich unter Kühlung mit 0,629 k Salpetersäure von 78 Proc. versetzt, so dass die Temperatur während des Einfüllens der Säure nicht über 25° steigt. Schliesslich erwärmt man im Wasserbade auf 80 bis 90° und erhält  $\frac{1}{4}$  Stunde lang auf dieser Temperatur. Die abgekühlte Mischung wird alsdann in 18 l Eiswasser eingetragen und der krystallisierte p-Chlor-m-nitrobenzaldehyd nach mehrstündigem Stehen abfiltrirt und getrocknet. Die Ausbeute beträgt 1,3 k. Der p-Chlor-m-nitrobenzaldehyd löst sich in etwa 250 Th. kochendem Wasser und krystallisiert daraus in feinen weissen Nadeln; in Chloroform ist er sehr leicht löslich und scheidet sich aus dieser Lösung auf Zusatz von viel Ligroin in glänzenden langen Nadeln ab. Der Schmelzpunkt liegt bei 62°.

Die Darstellung von Diphenylamin, o- und p-Amidodiphenyl geschieht nach R. Hirsch (D.R.P. No. 62309) durch Erwärmen einer Lösung von Diazoamidobenzol in Anilin.

Das Verfahren zur Darstellung von Camphocarbonsäure der Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning (D.R.P. No. 63534) besteht darin, dass man eine Lösung von 3 Mol. Campher in Äther (Ligroin, Benzol, Toluol) mit 4 At. Natrium

versetzt und direct unter Erwärmung Kohlensäure einleitet.

Myrrhenharzlösung erhält A. Flügge (D.R.P. No. 63 592) dadurch, dass er Myrrhe mit Ricinusöl bei Gegenwart eines gewissen Procentsatzes Alkohol digerirt (welcher nach erfolgter Lösung abgedampft wird), die Mischung stehen lässt, bis sich die wasserlöslichen Bestandtheile der Myrrhe abgesetzt haben, die überstehende klare Lösung dann abzieht und filtrirt. Man kann auch in der Weise verfahren, dass man zuerst das Myrrhenharz mit Alkohol auslaugt, die gewonnene alkoholische Lösung mit Ricinusöl versetzt und dann den Alkohol abdestillirt. Auch in diesem Falle erhält man eine klare Lösung von Myrrhenharz in Ricinusöl.

### Farbstoffe.

Secundäre Disazofarbstoffe aus Amidosulfobenzoësäure der Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co. (D.R.P. No. 62 932).

*Patent-Anspruch:* Neuerung in dem Verfahren des Patentes No. 59 081 zur Darstellung echter Disazofarbstoffe, darin bestehend, dass man an Stelle der dort verwendeten m-Amidobenzoësäure hier diejenige Amidosulfobenzoësäure, welche aus sulfirter Benzösäure durch Nitiren und Reduieren erhalten wird, nach dem Diazotiren mit  $\alpha$ -Naphtylamin kuppielt, die erhaltene Amidoazoverbindung weiter diazotirt und auf die folgenden Componenten einwirken lässt:  $\alpha$ -Naphtylamin,  $\alpha$ -Naphtylaminmonosulfosäure (Witt), Phenol, Salicylsäure,  $\beta$ -Naphtol,  $\alpha$ -Naphtolmonosulfosäure (Cléve),  $\beta$ -Naphtolmonosulfosäure (Schäffer),  $\beta$ -Naphtoldisulfosäure R,  $\alpha$ -Naphtoldisulfosäure (Patent No. 45 776),  $\beta$ -Naphtolcarbonsäure (Schmp. 216°), 1,8-Dioxynaphthalin,  $\beta_1 = \beta_2$ -Dioxynaphthalinsulfosäure.

Blauviolette, blaugrüne bis schwarze Disazofarbstoffe erhalten dieselben Farbenfabriken (D.R.P. No. 62 945) aus Dioxynaphthalindisulfosäure S.

*Patent-Anspruch:* Neuerung in dem Verfahren zur Darstellung blaugrüner bis schwarzer beizenfärbender secundärer Diazofarbstoffe, darin bestehend, dass man an Stelle der Dioxynaphthalinmonosulfosäure S in dem Verfahren des Patentes No. 61 707 hier die Dioxynaphthalindisulfosäure S setzt und diese mit den Diazoverbindungen derjenigen Amidoazokörper kuppielt, welche durch Combination von diazotirter Sulfanilsäure, Disulfanilsäure, Toluidinmonosulfosäure,  $\alpha$ -Naphtylaminidisulfosäure III (Patent No. 41 957),  $\beta$ -Naphtylamin- $\alpha$ -monosulfosäure (Patent No. 20 760),  $\beta$ -Naphtylamin- $\gamma$ -monosulfosäure (Patent No. 29 084),  $\beta$ -Naphtylaminidisulfosäure G mit  $\alpha$ -Naphtylamin entstehen.

Blauen direct färbenden Disazofarbstoff erhalten dieselben Farbenfabriken (D.R.P. No. 63 015) aus Tetrazoditolyl und Dioxynaphthalinmonosulfosäure.

*Patent-Anspruch:* Verfahren zur Darstellung eines blauen direct färbenden Azofarbstoffes, darin bestehend, dass man auf Tetrazo-o-ditolyl an Stelle der im Patent No. 58 681 erwähnten Dioxynaphthalinmonosulfosäuren hier diejenige Dioxynaphthalinmonosulfosäure einwirken lässt, welche im Patent No. 42 261 beschrieben ist.

Secundäre Disazofarbstoffe aus Amidoanissäure derselben Farbenfabriken (D.R.P. No. 63 069).

*Patent-Anspruch:* Verfahren zur Darstellung secundärer Disazofarbstoffe aus Amidoanissäure und  $\alpha$ -Naphtylamin, darin bestehend, dass man an Stelle der in dem Verfahren des Hauptpatentes (55 649) verwendeten Amido-p-oxybenzoësäure hier Amidoanissäure diazotirt, mit  $\alpha$ -Naphtylamin kuppielt, den so entstandenen Amidoazofarbstoff weiter diazotirt und mit den folgenden Componenten combinirt:  $\alpha$ -Naphtolmonosulfosäure (Cléve),  $\beta$ -Naphtolmonosulfosäure (Schäffer),  $\alpha$ -Naphtoldisulfosäure (Patent No. 45 776),  $\beta$ -Naphtoldisulfosäure R und 1,8-Dioxynaphthalinmonosulfosäure S.

Grüne basische Farbstoffe der Triphenylmethanreihe der Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning (D.R.P. No. 63 026).

*Patent-Anspruch:* Verfahren zur Darstellung von Dinitromonophenyl-m-amidotetramethyldiamidotriphenylcarbinol und von Dinitromonophenyl-m-amidotetraäthyldiamidotriphenylcarbinol, darin bestehend, dass man auf m-Amidotetramethyl- bzw. -tetraäthyldiamidotriphenylmethan Chlordinitrobenzol ( $\text{Cl:NO}_2:\text{NO}_2 = 1:2:4$ ) einwirken lässt und die so erhaltene Leukobase zu Farbstoff oxydirt.

Violettschwarzer Farbstoff aus Amido- $\alpha$ -naphtolmonosulfosäure durch Oxydation nach F. Reverdin und Ch. de la Harpe (D.R.P. No. 63 043).

*Patent-Anspruch:* Verfahren zur Darstellung eines violettschwarzen Farbstoffes aus wässrigen Lösungen der Amido- $\alpha$ -naphtolmonosulfosäure 2.1.4 mit Alkalicarbonaten oder alkalischen Erden durch Einwirkung des Luftsauerstoffes.

Oxyaurine und Oxyaurincarbon-säuren untersuchte N. Caro (Ber. deutsch. G. 1892 S. 939). Die Stärke der Färbung steigt mit der Anzahl der in der Verbindung befindlichen Carboxylgruppen; die Aurinmonocarbonsäure ist ein eben nur noch schwach beizenfärbender Farbstoff, während die Aurintricarbonsäuren sehr intensiv färben. Auch eine Vermehrung der Hydroxyle scheint eine Steigerung des Färbevermögens herzuführen. Diejenigen Aurinecarbonsäuren, welche durch Eintritt eines Phenols oder

einer aromatischen Oxysäure in die Methylen-disalicylsäure entstanden sind, färben Thonerdebeize hübsch roth, Eisenbeize violett; diejenigen Aurincarbonsäuren dagegen, die auf dieselbe Weise aus der Methylendiresorcylsäure entstanden sind, färben Thonerdebeize orangebraun und Eisenbeize braun. Der Eintritt der Gallussäure in die eine oder die andere Gruppe bewirkt eine Nüancierung nach Braun. Zwischen diesen beiden Gruppen von Aurinen herrscht ein ähnlicher Unterschied, wie zwischen der Gruppe der Alizarine und Oxyalizarine einerseits und der Anthragallose und Oxyanthragallose andererseits.

Braunrothen Beizenfarbstoff erhält die Badische Anilin- und Soda-fabrik (D.R.P. No. 62 947) mit Dioxy-naphthalin.

*Patent-Anspruch:* Verfahren zur Darstellung eines braunrothen Beizenfarbstoffes, darin bestehend, dass man die Diazoverbindung der Amidoazobenzol-sulfosäure mit (2 . 3) -Dioxynaphthalin in alkalischer oder essigsaurer Lösung combinirt.

Blauviolette Farbstoffe der Rosanilinreihe derselben Fabrik (D.R.P. No. 63 260).

*Patent-Ansprüche:* 1. Neuerung in dem Verfahren zur Darstellung von violettblauen basischen Farbstoffen der Rosanilinreihe, darin bestehend, dass man an Stelle des im Anspruch 1 des Patentes No. 62 539 genannten Tetramethyldiamido-benzophenons hier Tetraäthyldiamido-benzophenon mit m-Methoxyphenyl-p-tolylamin, m-Äthoxyphenyl-p-tolylamin, m-Methoxyphenyl-m-xylylamin, m-Äthoxyphenyl-m-xylylamin unter Mitwirkung von Phosphoroxychlorid oder ähnlich wirkenden Verbindungen, wie Phosphorchlorür, Phosphorchlorid, Chlorkohlenoxyd, condensirt.

2. Neuerung in dem Verfahren zur Darstellung von violettblauen basischen Farbstoffen der Rosanilinreihe, darin bestehend, dass man an Stelle der in Anspruch 1 des Patentes No. 62 539 genannten ätherifizirten Oxybasen hier m-Methoxyphenyl-o-tolylamin, m-Äthoxyphenyl-o-tolylamin mit Tetramethyldiamido-benzophenon oder Tetraäthyldiamido-benzophenon unter Mitwirkung von Phosphoroxychlorid oder ähnlich wirkenden Verbindungen, wie Phosphorchlorür, Phosphorchlorid, Chlorkohlenoxyd, condensirt.

3. Verfahren zur Darstellung von violettblauen Säurefarbstoffen durch Einwirkung rauchender Schwefelsäure auf die nach den durch Anspruch 1 und 2 geschützten Verfahren dargestellten basischen Farbstoffe.

Farbstoffe der Indigoreihe derselben Fabrik (D.R.P. No. 63 309).

*Patent-Ansprüche:* 1. Verfahren zur Darstellung von Farbstoffen der Indigoreihe, darin bestehend, dass man an Stelle des im Patent-

Anspruch des Hauptpatentes No. 54 626 genannten Phenylglycocolls hier Äthyl-p-tolylglycocol mit Ätzalkalien erhitzt und die entstandene Leuko-verbinding durch Einwirkung des Sauerstoffs der Luft oder anderer Oxydationsmittel in den Farbstoff umwandelt.

2. Überführung des nach dem durch Anspruch 1 geschützten Verfahren dargestellten Farbstoffes in wasserlösliche Form durch Behandeln desselben mit concentrirter oder rauchender Schwefelsäure.

Desgl. D.R.P. No. 63 310.

*Patent-Anspruch:* Verfahren zur Darstellung von künstlichem Indigo und von Farbstoffen der Indigoreihe, darin bestehend, dass man an Stelle der im Patent-Anspruch des Haupt-Patentes No. 54 626 und in dem Patent-Anspruch 1 der Zusatz-Patente No. 58 276, No. 61 711, No. 61 712 und No. 63 309 genannten Ätzalkalien das Phenylglycocol bez. das o-Tolylglycocol, Äthyl-phenylglycocol, m-Xylylglycocol, Äthyl-o-tolylglycocol oder Äthyl-p-tolylglycocol mit einem Gemisch von Ätzalkali und gebranntem Kalk erhitzt und die entstandene Leuko-verbinding durch Oxydation in den Farbstoff überführt.

Tetraalkylierte Rhodamine werden nach Angabe derselben Fabrik (D.R.P. No. 63 325) in gelbstichigere, minder alkylierte Farbstoffe übergeführt.

*Patent-Anspruch:* Verfahren zur Überführung von Tetramethyl- und Tetraäthylphthalsäure- und -bernsteinsäurerhodamin, sowie von tetramethylirtem Benzorhodamin und Ameisensäurerhodamin in gelbstichigere, minder alkylierte Farbstoffe durch Erhitzen für sich oder unter Zusatz von salzaurem Anilin oder anderen die Abspaltung der Alkylgruppen begünstigenden Substanzen.

Azofarbstoffe erhalten L. Casella & Cp. (D.R.P. No. 63 507) durch Kupplung von Diamido- $\alpha$ -naphthalindisulfosäure mit p-Nitrodiazobenzol. 13,5 k p-Nitranilin werden z. B. diazotirt und zu der mit 50 k Salzsäure angesäuerten Lösung von 32 k Diamido- $\alpha$ -säure in 30 hl Wasser hinzugegeben. Nach etwa 1 Stunde ist die Farbstoffbildung beendet. Man salzt aus, ohne zu neutralisiren. Der Farbstoff färbt Wolle violettrot.

Oder 13,5 k Nitranilin werden diazotirt und zu einer Lösung von 16 k Diamido- $\alpha$ -säure und 54 k essigsaurem Natron in 50 hl Wasser hinzugegeben. Nach 2 Stunden ist die Diazoverbindung verbraucht. Man fällt mit Salz aus. Der Farbstoff färbt Wolle blauschwarz.

*Patent-Anspruch:* Verfahren zur Darstellung von Azofarbstoffen durch Combination von 1 Äquivalent Diamido- $\alpha$ -naphthalindisulfosäure mit 1 oder 2 Äq. p-Nitrodiazobenzol.

Secundäre Disazofarbstoffe erhalten die Farbenfabriken vorm. Fr. Bayer & Cp. (D.R.P. No. 63 104) aus Amidobenzoësäure.

*Patent-Anspruch:* Neuerung in dem Verfahren des Patentes No. 59 081 zur Darstellung echter Disazofarbstoffe aus Amidobenzoësäure, darin bestehend, dass man:

1. an Stelle der in obigem Patent verwendeten  $\beta_1\beta_1$ -Dioxynaphthalinmonosulfosäure die aus  $\beta$ -Naphtoldisulfosäure G und R des Patentes No. 3229 erhaltenen Dioxynaphthalinmonosulfosäuren G und R bez. die 1.8-Dioxynaphthalin- $\alpha$ -monosulfosäure S aus  $\alpha$ -Naphtoldisulfosäure S des Patentes No. 40 571 verwendet;

2. die diazotirte m-Amidobenzoësäure statt, wie in dem genannten Patent angegeben, mit  $\alpha$ -Naphtylamin, hier mit  $\alpha$ -Amido- $\beta$ -naphtoläther (1.2) kombiniert und den so erhaltenen Amidoazofarbstoff auf folgende Componenten reagiren lässt:  $\alpha$ -Naphtolmonosulfosäure (Néville-Winther),  $\alpha$ -Naphtolmonosulfosäure (Clève),  $\beta$ -Naphtol- $\beta$ -monosulfosäure,  $\beta$ -Naphtol- $\delta$ -monosulfosäure,  $\alpha$ -Naphtoldisulfosäure S,  $\alpha$ -Naphtol- $\varepsilon$ -disulfosäure,  $\beta$ -Naphtoldisulfosäure R,  $\beta$ -Naphtoldisulfosäure F, 1.8-Dioxynaphthalinmonosulfosäure S,  $\beta$ -Naphtolsulfocarbon-säure.

Secundäre Disazofarbstoffe für Druck und Färberei derselben Farbenfabriken (D.R.P. No. 63 274).

*Patent-Anspruch:* Neuerung in dem Verfahren zur Darstellung secundärer Disazofarbstoffe für Druck und Färberei aus Amidosulfosalicylsäure und Amidosulfokresolcarbonsäure, darin bestehend, dass man an Stelle des im Patent No. 60 440 als mittlere Componente verwendeten  $\alpha$ -Naphtylamins hier  $\alpha$ -Amido- $\beta$ -naphtoläther mit den Diazoverbindungen der genannten beiden Säuren kuppelt und den so erhaltenen Amidoazofarbstoff nach erfolgter Diazotirung mit  $\beta$ -Naphtol,  $\alpha$ -Naphtolmonosulfosäure (Néville-Winther),  $\alpha$ -Naphtolmonosulfosäure (Clève),  $\beta$ -Naphtol- $\beta$ -monosulfosäure,  $\beta$ -Naphtol- $\delta$ -monosulfosäure oder  $\beta$ -Naphtolcarbonsäure (Schmp. 216°) kombiniert.

Secundäre Disazofarbstoffe für Färberei und Druck erhalten dieselben Farbenfabriken (D.R.P. No. 63 304) aus Amidophitalsäure.

*Patent-Anspruch:* Verfahren zur Darstellung secundärer Disazofarbstoffe für Färberei und Druck aus Amidophitalsäure, darin bestehend, dass man in dem Verfahren des Hauptpatentes (58 415):

1. die dort als Componente verwendete  $\beta_1\beta_1$ -Dioxynaphthalinsulfosäure durch die aus den  $\beta$ -Naphtoldisulfosäuren G und R des Patentes No. 3229 beim Verschmelzen mit Alkalien darstellbaren Dioxynaphthalinmonosulfosäuren G und R bez. durch die auf gleichem Wege aus der  $\alpha$ -Naphtoldisulfosäure des Patentes No. 40 571 entstehende 1.8-Dioxynaphthalinmonosulfosäure S ersetzt;

2. die Diazoverbindung von Amidophitalsäure statt, wie in dem Patent No. 58 415 angegeben,

auf  $\alpha$ -Naphtylamin hier auf  $\alpha$ -Amido- $\beta$ -naphtoläther (1.2) einwirken lässt und den so erhaltenen Amidoazofarbstoff nach erfolgter Diazotirung weiter mit folgenden Componenten kuppelt:  $\alpha$ -Naphtolmonosulfosäure (Néville-Winther),  $\alpha$ -Naphtolmonosulfosäure (Clève),  $\beta$ -Naphtol- $\beta$ -monosulfosäure,  $\beta$ -Naphtol- $\delta$ -monosulfosäure,  $\alpha$ -Naphtoldisulfosäure S,  $\alpha$ -Naphtol- $\varepsilon$ -disulfosäure,  $\beta$ -Naphtoldisulfosäure R,  $\beta$ -Naphtoldisulfosäure F, 1.8-Dioxynaphthalinmonosulfosäure S oder  $\beta$ -Naphtolsulfocarbon-säure.

Zur Herstellung von künstlichem Indigocarmen wird nach Angabe derselben Farbenfabriken (D.R.P. No. 63 218) 1 Th. Phenylglycocol mit der 20 fachen Menge Sand fein verrieben und bei gewöhnlicher Temperatur in die 20 fache Menge rauchende Schwefelsäure von 80 Proc. Anhydridgehalt eingetragen, so dass die Temperatur des Reactionsgemisches während des Proesses 30° nicht wesentlich überschreitet. Wenn alles eingetragen ist, wird die gelbe Masse zur Entfernung des Anhydrids mit Schwefelsäure von 66° B. verdünnt und die blaue Lösung auf Eis gegossen, der Sand abfiltrirt und aus der nunmehr grünblau gefärbten Lösung das Indigocarmen durch Zusatz von Kochsalz ausgefällt. Der Farbstoff scheidet sich sofort in reinem Zustande aus und übertrifft beim Ausfärben auf der Faser an Schönheit und Klarheit des Tones, besonders bei künstlichem Licht, auch die mit den besseren Indigocarminsorten des Handels erzielten Färbungen.

Die Mengenverhältnisse, der Anhydridgehalt der Schwefelsäure und die Temperatur können in sehr weiten Grenzen schwanken. Nur empfiehlt es sich, bei Anwendung von Schwefelsäure mit niedrigerem Anhydridgehalt (z. B. 20 Proc.) die Reactionsdauer zu verlängern oder die Temperatur zu erhöhen. An Stelle des Phenylglycocolls können mit gleichem Erfolge die Salze desselben verwendet werden. Als weniger vortheilhaft erwies sich die Anwendung der Äther des Phenylglycocolls.

*Patent-Anspruch:* Verfahren zur Darstellung von Sulfosäuren des künstlichen Indigos (künstlichem Indigocarmen), darin bestehend, dass man Phenylglycocol, die Salze oder die Äther desselben mit rauchender Schwefelsäure behandelt.

Direct färbender Disazofarbstoff aus Dianisidin und Dioxynaphthalinmonosulfosäure derselben Farbenfabriken (D.R.P. No. 63 597) färbt Baumwolle im alkalischen Seifenbade rein blau.

*Patent-Anspruch:* Verfahren zur Darstellung eines blauen, direct färbenden Disazofarbstoffes aus Dianisidin und Dioxynaphthalinmonosulfosäure, darin bestehend, dass man nach dem Verfahren

des Pat. No. 38 802 Tetrazodiphenoldimethyläther anstatt mit den im Verfahren des Haupt-Pat. verwendeten Sulfosäuren mit derjenigen Dioxynaphthalimonosulfosäure kuppielt, welche in dem Patent No. 42 261 beschrieben ist.

**Sulfosäuren des Alizarinbordeaux derselben Farbenfabriken (D.R.P. No. 63 692).**

**Patent-Ansprüche:** 1. Verfahren zur Darstellung von Sulfosäuren der nach dem durch das Hauptpatent No. 60 855 geschützten Verfahren dargestellten Farbstoffe, nämlich des Alizarinbordeaux, Purpurinbordeaux, Flavopurpurinbordeaux und Anthrapurpurinbordeaux, darin bestehend, dass man diese Farbstoffe mit niedrigprozentiger rauchender Schwefelsäure oder deren Ersatzmitteln bei Temperaturen zwischen 100 bis 150° bis zur Wasserlöslichkeit erhitzt, oder dass man, ohne vorhergehende Abscheidung dieser Bordeaux das nach dem Hauptpatent No. 60 855 direct durch Einwirkung der rauchenden Schwefelsäure auf die daselbst aufgeführten Alizarinfarbstoffe erhaltene Reactionsgemisch nach geeignetem Verdünnen mit Schwefelsäure auf Temperaturen zwischen 100 bis 150° bis zur Wasserlöslichkeit erhitzt und die erhaltenen Schwefelsäureester durch Kochen mit Wasser bez. verdünnten Säuren zersetzt.

2. Verfahren zur Darstellung von Bordeauxsulfosäuren, darin bestehend, dass man die gewöhnlichen Alizarin-, Purpurin-, Flavopurpurin- und Anthrapurpurinsulfosäuren mit einem grossen Überschuss hochprozentiger rauchender Schwefelsäure nach dem Verfahren des Hauptpatentes bei einer 50° nicht übersteigenden Temperatur behandelt und die so zu erhaltenden Schwefelsäureester durch Kochen mit verdünnten Säuren zersetzt.

3. Verfahren zur Überführung der nach dem durch Anspruch 2 geschützten Verfahren darstellbaren Bordeauxsulfosäuren in die entsprechenden Bordeaux, darin bestehend, dass man dieselben mit Wasser oder verdünnten Säuren oder Schwefelsäure von 60° B. auf 180 bis 200° erhitzt.

**Trimethylfarbstoffe derselben Farbenfabriken (D.R.P. No. 63 743).**

**Patent-Anspruch:** Verfahren zur Darstellung von Farbstoffen der Triphenylmethanreihe, darin bestehend, dass man Monochlor-, -brom- oder -jodbenzol, o- oder p-Chlortoluol, o- oder p-Nitrotoluol auf Tetramethylamidobenzhydrol bei Gegenwart von Condensationsmitteln, wie concentrirter Schwefelsäure, bei gewöhnlicher oder höherer Temperatur einwirken lässt und die so gebildeten Leukoverbindungen zu Farbstoffen oxydirt.

**Amidobenzaldehyd der Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning (D.R.P. No. 62 950).**

**Patent-Anspruch:** Verfahren zur Reduction von m-Nitrobenzaldehyd zum Zwecke der Darstellung einer wässrigen sauren Lösung von m-Amidobenzaldehyd, aus welcher durch Zusatz von Alkalien der Anhydro-m-amidobenzaldehyd abgeschieden wird, darin bestehend, dass man die Bisulfitverbindung des m-Nitrobenzaldehyds mit re-

ducirenden Agentien, wie Zink oder Eisen und Mineralsäuren, oder Eiseinoxidulsalzen und Alkali, oder schwefligsauren Salzen behandelt.

**Anilidoisonaphthylrosindulin nach Kalle & Cp. (D.R.P. No. 63 181).**

**Patent-Anspruch:** Verfahren zur Darstellung von Anilidoisonaphthylrosindulin, darin bestehend, dass man salzaures Benzolazophenyl- $\alpha$ -naphtylamin in Phenollösung erhitzt.

**Bläue basische Farbstoffe von A. Leonhardt & Cp. (D.R.P. No. 63 238).**

**Patent-Anspruch:** Neuerung in dem Verfahren zur Darstellung blauer basischer Farbstoffe, darin bestehend, dass bei dem in dem Anspruch des Hauptpatentes (62 367) charakterisierten Verfahren an Stelle des Dimethyl-m-amidokresols hier Diäthyl-m-amidokresol zur Verwendung kommt.

**Azofarbstoffe der Gesellschaft für chemische Industrie (D.R.P. No. 63 477).**

**Patent-Anspruch:** Verfahren zur Darstellung von Wolle und Seide grau bis tief schwarz färbenden Azofarbstoffen, bestehend in der Condensation von Monoäthyl- $\beta$ -naphtylamin, Monomethyl- $\beta$ -naphtylamin, Monoamyl- $\beta$ -naphtylamin mit den Diazoverbindungen derjenigen Amidoazokörper, welche bei der Einwirkung von salzaurem  $\alpha$ -Naphtylamin auf die Diazoverbindung der  $\alpha$ -Naphtylamindisulfosäure von Dahl (Patent No. 41 957) erhalten werden.

### Gährungsgewerbe.

**Blasengährung.** Untersuchungen von A. Reichard (Z. ges. Brauw. 1892 S. 215) ergaben:

1. Anwesenheit von viel Trub in der Würze veranlagt dieselbe zur Blasengährung.

2. Das Zustandekommen der Blasengährung wird herbeigeführt durch möglichst rasche Aufeinanderfolge sehr zahlreicher Kohlensäurebläschen, wodurch die Trubtheilchen zur Blasenbildung verfügbar werden.

3. Sind Stoffe in der Würze vorhanden, welche ein Verfügbarwerden der Trubtheilchen verhindern, indem sie die Zahl der entwickelten Kohlensäurebläschen auf eine längere Gährdauer vertheilen, so tritt auch bei starkem Trubgehalt der Würze keine Blasenbildung auf.

4. Enthält die gährende Würze eine zu geringe Menge solcher Stoffe, welche in normaler Weise die Gährthätigkeit der Hefe bez. die Entwicklung von Kohlensäurebläschen verlangsamen, so tritt auch bei Anwesenheit normaler Trubmengen Blasengährung auf.

**Zur Bestimmung des Chlores im Wein empfiehlt W. Seifert (Z. anal. 1892 S. 186) Neutralisiren mit Soda, Verdampfen, Veraschen und Titration nach Volhard.**

Mechanische Bierklärung und ihre Gefahren bespricht L. Aubry (Z. ges. Brauw. 1892 S. 209). Er warnt vor einer zu ausgedehnten Anwendung der mechanischen Klärung.

### Fettindustrie, Leder u. dgl.

Die Giessform für Kerzen von B. Keinke (D.R.P. No. 61 896) zeichnet sich dadurch aus, dass beim Zerlegen der Form nach erfolgtem Guss gleichzeitig die Lichtenden polirt werden und die Spitze durch ein Messer abgeschnitten und so

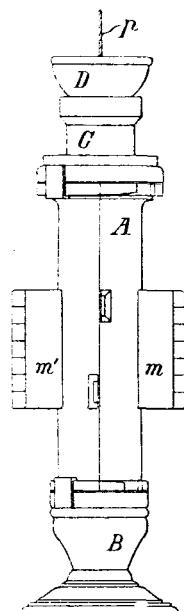


Fig. 216.

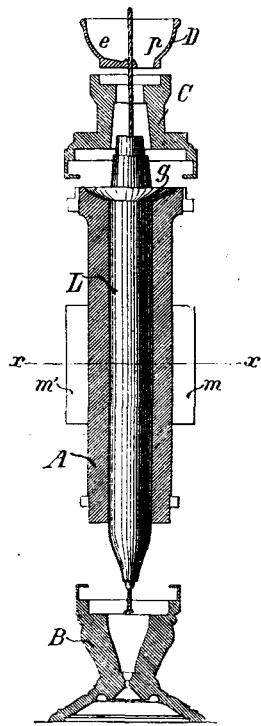


Fig. 219.

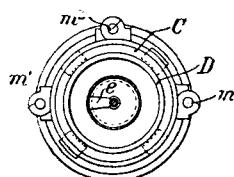


Fig. 217.

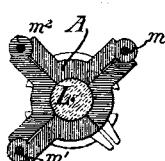


Fig. 220.

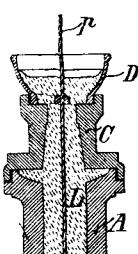


Fig. 218.

wobei die einzelnen Formtheile getrennt dargestellt sind; Fig. 220 einen Grundriss im Schnitt nach Linie x-x.

Die Form besteht aus dem Mittelstück A, welches um die drei Gelenke  $m m' m^2$  zu öffnen ist, dem Fuss B, dem Kopf C und dem Einguss D mit Messer e. L ist die fertige Kerze im Körper A nach Lösung der übrigen Formtheile. Der Körper A kann auf der inneren Wandung glatt oder je nach Wunsch gemustert sein, auch kann im oberen Theil von A eine Aussparung zur Herstellung einer Manschette g an der Kerze angebracht sein.

Der Fuss B sowohl als der Obertheil C sind entsprechend ausgebohrt und polirt. Diese Theile werden vermittels eines Bayonettenverschlusses durch Drehung mit A verbunden. Beim Losdrehen der Theile nach erfolgtem Guss werden infolge dieser Drehung die betreffenden Kerzenenden zugleich polirt.

Der Einguss D trägt ein radial angeordnetes Messer e, welches in der Mitte verstärkt ist und hier eine Bohrung besitzt, durch welche der Docht p hindurchgezogen wird. Nach erfolgtem Guss dreht man zunächst den Einguss D, wobei das Messer e den oben überschüssigen Theil des Gusses abtrennt, hebt dann den Einlauf D vom Docht ab, dreht die Theile B und C los und öffnet den Körper A zur Entnahme der fertigen Kerze.

### Neue Bücher.

Entwurf eines Gesetzes betreffend den Verkehr mit Wein, weinhaltigen und weinähnlichen Getränken mit Begründung und technischen Erläuterungen. (Berlin, C. Heymann's Verlag.) Pr. 1 M.

Auch nach Erlass des Gesetzes (S. 320) haben diese Erläuterungen allgemeineres Interesse.

C. Weigelt: Die Schädigung der Fischerei durch Haus- und Fabrikabwasser. (Berlin, B. Grundmann.) Pr. 0,50 M.

Verf. führt in dieser kleinen Schrift aus, dass es ein normales Fischwasser für alle Fische nicht gibt; „wie normales Fischwasser chemisch beschaffen sein muss, lässt sich von vornherein nicht sagen, nur Eines steht dabei fest, reines Wasser, das  $H_2O$  des Chemikers, das ist es nicht! Jedes Fischwasser muss vielmehr im chemischen Sinne bis zu einem gewissen Grade verunreinigt sein, erst mit diesen Verunreinigungen, welche in ihm gelöst und vielleicht in ihm suspendirt sein müssen, wird es Fischwasser im biologischen Sinne.“

Verf. bespricht seine Versuche über das Ver-

fertiggestellt wird. Fig. 216 zeigt eine Ansicht der geschlossenen Form in zusammengesetztem Zustande, Fig. 217 den Grundriss und Fig. 218 einen Schnitt des oberen Formendes nach Fig. 216; Fig. 219 einen Schnitt durch die Form nach erfolgtem Guss,