

als auch der obere Theil des längeren Schenkels möglichst gleich der Länge des Einsatzcylinders sind, sowie dass erstere parallel laufen und nur so weit von einander abstehen, dass sie nach dem Einhängen des Hebers dicht, aber doch locker an den Wandungen des inneren Cylinders anliegen, während der Heber selbst mit seiner oberen Biegungsstelle auf dessen Rande aufsitzt und der kurze, unten wenig umgebogene Schenkel bis zum Boden desselben reicht. Um aber das soweit fertige Heberchen leicht ein- und aushängen zu können, ist es nothwendig, den kürzeren der beiden Heberschenkel nun noch ein wenig seitwärts, also aus ihrer gemeinsamen Ebene heraus, zu biegen. Fig. 264.

Die lichte Weite des Heberröhrechens beträgt ungefähr 1,5 bis 2 mm, da bei kleinerer Öffnung das Abheben nicht im Strahle, sondern nur tropfenweise erfolgt.



Fig. 263.



Fig. 264.

Biegt man den längeren Heberschenkel an seinem Ende ein wenig aufwärts, so trägt dies wesentlich zu einer leichten und regelmässigen Heberwirkung bei. Das Flüssigkeitstheilchen nämlich, welches nach dem Abheben aus Capillaren gewöhnlich in deren Ausflussöffnung zusammenläuft und zurückbleibt, weil es zu klein ist, um bei geradem Heberende gänzlich abtropfen zu können, verschliesst mithin die Heberöffnung und kann hierdurch das rasche und regelmässige Wirken des Hebers mehr oder weniger beeinflussen. Bei aufwärts gebogenem Heberende jedoch kann auch das kleinste Flüssigkeitstheilchen, durch den Druck der Flüssigkeitssäule im inneren Cylinder nach aussen bis an die Heberöffnung getrieben, mit Leichtigkeit über die Ränder derselben hinweg und an der Aussenfläche des umgebogenen Theiles herablaufen.

Die Handhabung des Apparates ist sehr einfach. Eine Patrone aus Filtrerpapier, kürzer und kleiner als der innere Cylinder, damit dieselbe sehr locker in letzteren hineinpasst, enthält die fein gepulverte zu extrahirende Substanz. In den äusseren

Cylinder, welcher mittels Klemme an einem Stativ befestigt ist, wird der innere Cylinder, nachdem man in denselben das Heberröhrechen eingehängt und die Patrone hineingebracht hat, eingesetzt. Nun giesst man vom Extractionsmittel so viel auf die Patrone, bis dieselbe vollgesaugt und der innere Cylinder gefüllt ist, worauf das Heberchen die über und neben der Patrone befindliche Flüssigkeit in den unteren Theil des äusseren Cylinders abhebt. Dieses Verfahren wiederholt man 2 bis 3 Mal und ist auf diese Weise sicher, eine genügende Menge des Extractionsmittels im Apparate zu haben. Hierauf verschliesst man denselben mit dem das Kühlrohr tragenden Korken und bringt die Extractionsflüssigkeit im Wasserbade, indem man den unteren Theil des Apparates in ein Becherglas mit Wasser tauchen lässt, zum Sieden. Der Apparat beginnt alsdann nach bekanntem Princip selbstständig und gleichmässig zu functioniren, indem das im Kühler condensirte Extractionsmittel ununterbrochen auf die Patrone tropft und das Heberchen, so oft der innere Cylinder gefüllt ist, in Thätigkeit tritt.

Das Extractionsproduct befindet sich im unteren Theile des äusseren Cylinders und kann nach Verjagung der Extractionsflüssigkeit entweder in diesem oder in einem tarirten Bechergläschen gewogen werden.

Die Extraction erfolgt unter den günstigsten Bedingungen, nämlich durch allseitiges Auslaugen der Patrone und zwar mit dem erwärmten Extractionsmittel, da sich das Extractionsgefäß innerhalb des Destillationsgefäßes befindet. Diese Einrichtung bietet zugleich den weiteren Vortheil, dass nur ein einziger Korkverschluss für den gesammten Apparat nöthig ist.

Letzterer dürfte demnach wohl die Haupt-eigenschaften eines brauchbaren Extractionsapparates besitzen, und ist bei seiner einfachen Gestalt sowohl Beschädigungen weniger ausgesetzt, als auch im Ganzen wie in seinen einzelnen Theilen leicht und ohne wesentliche Kosten selbst herstellbar.

Dresden, im September 1893.

Über Kohlenstoffbestimmung im Stahl.

Von

Dr. Richard Lorenz.

Herr Prof. L. L. de Koninck befürwortet S. 536 d. Z. bei der von mir vorgeschlagenen Methode der Kohlenstoffbestimmung im Stahl (S. 313 d. Z.) als Zuschlag bei der directen

Verbrennung der Probe im Porzellanrohre bei Weissglut, kupferoxydhaltigen Borax oder ebensolches Phosphorsalz anzuwenden. Es sei mir gestattet, darauf hinzuweisen, dass ich zu demselben Zwecke Bleichromat angewandt und bevorzugt habe, weil die Erfahrung ergeben hat, dass von allen bisher versuchten Stoffen dieser bei weitem der wirksamste als Sauerstoffüberträger und Schlackenbildner ist. Die Verbrennung geht damit am schnellsten von statten. Mit kupferoxydhaltigem Borax habe ich directe Versuche allerdings nicht angestellt, doch ist ein Zusatz von Borax allein zu der Stahlprobe, wie aus Analyse 114 S. 356 d. Z. zu ersehen ist, in Anwendung gekommen. Wie dort erwähnt, hatte sich bei diesem Versuche „ein wohlgeflossenes durchsichtiges Boraxglas gebildet“. Der Borax erwies sich hierbei als ein vorzügliches Verschlackungsmaterial, indem er alles gebildete Eisenoxyd ohne Rückstand aufzulösen vermochte. Es hat aber diese Eigenschaft blos Werth, wenn es sich darum handelt, das verbrannte Eisen aufzulösen, um so auf dem glühenden Eisenregulus stets eine blanke Oberfläche zu erhalten, und um die Gewissheit zu haben, bei der Operation allen Kohlenstoff, welcher sich in der Perle nicht auflöst, bloszulegen. Bei grundlegenden Versuchen, welche die Richtigkeit der „Methode der Kohlenstoffbestimmung durch directe Verbrennung des Stahles bei Weissglut im Sauerstoffstrom“, wie ich sie angegeben habe, beweisen sollen, ist dies von Wichtigkeit. Für die praktische Anwendung ist Borax jedoch weniger geeignet, weil die Reaction verhältnismässig langsam verläuft, während sie mit Bleichromat viel rascher, wenn auch vielleicht nicht ganz so exact, zu Ende geführt wird. Der Nachtheil, welcher der Anwendung von Borax entgegensteht, liegt wesentlich darin, dass diese Substanz bei ihrer Lösekraft in hoher Temperatur auch das Porzellanschiffchen, auf welchem die Probe in das Glührohr geschoben wird, vollständig zerstört und so ein jähes Ende des theuren Apparates herbeigeführt wird. Ohne Zweifel wird die Anwendung von kupferoxydhaltigem Borax ein ähnliches Resultat ergeben wie Borax allein. Kupferoxydhaltiges Phosphorsalz wird aber an denselben Fehlern leiden und überdies noch an der Flüchtigkeit der Phosphorsäure bei den Temperaturen, die hier erforderlich werden.

Ein zweiter Punkt, auf welchen ich in der vorliegenden Mittheilung eingehen möchte, betrifft die Kritik, welche ich in meiner Arbeit (a. a. O. S. 313) in Bezug auf die „Chlormethode“ gegeben habe. Es wird

manchem vielleicht aufgefallen sein — und es ist mir dies auch mündlich ausgesprochen worden —, dass dort behauptet wird, beim Glühen einer Stahlprobe im Chlorstrom entstünden immer Kohlenstoffverluste, auch wenn man alle Umstände vermeidet, welche sonst Kohlenstoffverluste verursachen: Anwesenheit von Sauerstoff, Kohlensäure, Chlorwasserstoff u. dgl. im Chlorstrom. Um diesen Verlust zu erklären, stellte ich die Behauptung auf: der aus Stahl abgeschiedene Kohlenstoff verbindet im Status nascendi sich mit Chlor unter Bildung von flüchtigen Chlorkohlenstoffen. Was sich ausser den analytischen Verlusten für diese Behauptung sonst anführen lässt, ist dort gesagt. Inzwischen hat ein anderer Forscher gelegentlich ganz anderer Untersuchungen eine ähnliche Beobachtung gemacht, auf die ich im Interesse meiner Kritik der Chlormethode aufmerksam machen möchte. C. Haeussermann fand (S. 392 d. Z.), dass bei der Herstellung von Chlor und Natronhydrat auf elektrolytischem Wege die Kohlen, welche als Elektroden dienen, nach 6 bis 8 wöchentlichem Gebrauch durch neue ersetzt werden müssen. Retortenkohlen von sehr dichter Beschaffenheit halten allerdings etwas länger, aber auch deren Brauchbarkeit ist eine begrenzte. „Die Ursache dieser Abnutzung“, sagt Haeussermann, „ist darin zu suchen, dass der Graphit gegen das nascirende Chlor nicht ganz indifferent ist, sondern dass beide Körper zu Chlorkohlenstoffen zusammentreten, welche sich mit dem entweichenden Chlorgase verflüchtigen und in diesem nachgewiesen werden können.“

Wenn schon Retortenkohle gegen Chlor ein derartiges Verhalten zeigt, um wie viel mehr Grund hatte ich, diese Eigenschaft bei jener feinen, äusserst zarten Kohle anzunehmen, die man aus Stahl im Chlorstrom erhält! Zu den schon dort angeführten Gründen und Beobachtungen für die Bildung von Chlorkohlenstoffen beim Behandeln von Stahl im Chlorstrom kommt also jetzt dazu, dass man den behaupteten Vorgang im Grossen beobachtet hat, und ich kann daher mein gegebenes Urtheil nur aufrecht erhalten: die „Chlormethode“ liefert in Folge von Verlusten durch Bildung von Chlorkohlenstoffen zu niedere Resultate!

Was die anderen Methoden zur Bestimmung des Kohlenstoffs im Stahl anbetrifft, so erscheint es mir bemerkenswerth, dass Pettersson ebenfalls kürzlich die Ansicht ausspricht, dass diese zu niedere Resultate ergäben. Es stimmt dies vollständig mit meinen Beobachtungen überein. Um so interessanter ist darum die neue Methode von

Petterson, die folglich, wie meine, höhere Werthe für Kohlenstoff ergeben muss. Ich bin damit beschäftigt, diese Methoden zu vergleichen und hoffe, darüber, sowie über einiges Neue bezüglich der Chromschwefelsäuremethode demnächst ausführlicher berichten zu können.

Göttingen, Universitätslaboratorium, Oct. 1893.

Silicium-Kohlenstoff (Carborundum).

Von

Otto Mühlhaeuser.

Wird ein Gemenge von Kieselsäure und Kohlenstoff im elektrischen Ofen auf sehr hohe Temperatur erhitzt, so entweicht Kohlenoxyd und es entsteht ein neues werthvolles Mineral. Der neue Edelstein, ein Krystall, kann als der Vetter des Diamanten angesprochen werden, mit dem er in der That viele hervorragende Eigenschaften theilt. Je nach der Reinheit der Ausgangsmaterialien erhält man farblose, gelbliche oder bläulich-grüne Krystalle. (Vgl. S. 485 d. Z.)

Entdeckt wurden dieselben von Edward G. Acheson. Derselbe hatte schon seit langer Zeit die Idee, eine Methode aufzufinden, mittels welcher Kohlenstoff umkristallisiert, in Diamant verwandelt werden könnte, und als ihm die Mittel gestatteten, dem Gedanken näher zu treten, führte er den Versuch: Kohlenstoff in schmelzendem Thon aufzulösen und auskristallisiren zu lassen, auch aus. Die Mittel wurden Acheson nach Gründung der elektrischen Lichtanlage im pennsylvanischen — inmitten der Kohlenregion gelegenen — Städtchen Monongahela-City zu Theil. Eine Wechselstrom-Dynamomaschine, welche Nachts zur Beleuchtung des Städtchens diente, konnte tagsüber zu Versuchen benutzt werden; den nothwendigen Strom-Transformator stellte sich der Erfinder selbst aus 2 gewöhnlichen Leitungskabeln, die mit Asbest isolirt wurden, zusammen. Der erste Versuch wurde wie folgt ausgeführt. In ein eisernes Becken, dessen Wände mit Kohle ausgefüttert waren, brachte man eine Mischung von Thon und Kohlenstoff. In die Mischung tauchte eine mit dem Transformator verbundene Kohlenelektrode, das andere Ende des Converters wurde mit dem Becken verbunden. Beim Hindurchgehenlassen des Wechselstroms kam die Masse in heftige Reaction. Bei der Untersuchung der erkalteten Masse entdeckte der Erfinder in der Nähe der Kohlenelek-

trode einige wenige glitzernde und flimmernde Krystalle von blauer Farbe. Dieselben waren ausserordentlich hart, erweckten den Glauben, das Experiment sei nach der demselben zu Grunde liegenden Idee verlaufen und ermunterte zu neuen Versuchen, das köstliche Gestein zu finden. Andere Versuche wurden ausgeführt. Unter anderen auch der, dass die Kohle-Thon-Mischung in einem aus feuerfesten Backsteinen erbauten, 10 Zoll langen, 4 Zoll breiten und 4 Zoll tiefen Troge, an dessen Schmalseiten die Kohlenelektroden hineinragten, erhitzt wurde. Ein Strom von 200 Ampère im Maximum und einer Potential-Differenz von 50 Volt im Maximum standen zur Verfügung. Die elektrische Apparatur war so eingerichtet, dass jene Energiewerthe beliebig verändert und verwendet werden konnten. Die Elektroden selbst konnten bei der Reaction sich genähert oder entfernt werden. Grössere Mengen Material wurden allmählich erzeugt. Man konnte damit die für die Praxis in Betracht kommenden Versuche, vor Allem seine Wirksamkeit u. s. w. erproben. Dabei zeigte es sich auch, dass das Material spröder als Diamant ist. Die Proben liessen den Erfinder davon abkommen zu glauben, dass reiner Kohlenstoff, Diamant, vorliege. Nach der Theorie des Erfinders sollte krystallisirter Kohlenstoff mit krystallisirter Thonerde, Korund, verbunden sein und da nun das in verschiedenen Werkstätten geprüfte Abrasivmittel einen Namen bedurfte, so nannte er es „Carborundum“ von Carbon und Corundum.

Neue Anstrengungen zum Erhalten des Stoffes wurden gemacht, neue Experimente ausgeführt. An Stelle des Thons trat Sand, als Kohlenstoffquelle dienten gepulverte Kohlenelektroden. Später wurde, um die Masse leichter flüssig zu bekommen, noch Kochsalz zugesetzt. Bessere Resultate wurden erhalten, sehr oft auch gar nichts und erst nach Überwindung ausserordentlicher Schwierigkeiten gelang es, den Carborundum mehr regelmässig, aber auch nur in Mengen von wenigen Grammen zu erzeugen und die Bedingungen auszufinden, welche die Bildung des Productes begünstigen bez. verhindern. Immer noch wusste man aber nicht, was es eigentlich sei, ob Diamant oder etwas anderes. Auch das Wesen des Proesses war noch unerforscht. Die Natur der beim Proesse sich bildenden Nebenproducte war unbekannt, ihre Entstehung ungedeutet, ihr Werth, ob Zwischen- oder Abfallproduct, zweifelhaft. Als statt Elektroden-Kohlenstoff Koks verarbeitet wurde, traten Schwierigkeiten auf, welche sich während der Reaction, dann auch bei der Verarbeitung des Carborundum