

0,1155 g Substanz, von Herrn Neffen verbrannt, ergaben 0,1349 g H₂O und 0,3695 g CO₂

I	II.
12,97 H	12,38 Proc. H
87,25 C	87,50 - C

Es ist von Interesse, zu erwähnen, dass nach den kürzlich veröffentlichten Analysen von Engler und Jezioranski¹¹⁾ die über 200° siedenden Antheile verschiedener Erdölsorten eine ähnliche Zusammensetzung, nämlich

12,65	12,80	12,76	13,20 Proc. H
87,35	87,20	86,97	86,80 - C

haben.

Ferner ist es lehrreich, die in dieser Arbeit aufgeführten Zahlen zusammenzustellen, welche den Gehalt des Vorlaufs verschiedener Theer- und Erdöldestillate an gesättigten Kohlenwasserstoffen angeben. Dieser Gehalt ist

für Braunkohlentheer	61,5 Proc.
- Schiefertheer	62 -
- das Druckdestillat von Thran	61 -
- elsässisches Erdöl	95 -
- Ohioerdöl	97 -

Es ergibt sich also, dass in der That das Druckdestillat Engler's in seiner Zusammensetzung dem Schiefertheer nahe steht und dass es wie dieser durch Aluminiumchlorid in Producte verwandelt werden kann, welche als wesentliche Bestandtheile der Erdöle bekannt sind. Man kann sich daher vorstellen, dass auch die natürliche Bildung des Erdöls aus Fett in zwei Stadien verlief, deren erstes von Engler künstlich nachgeahmt wurde, und deren zweites in analoger Weise verlief wie die oben beschriebene Einwirkung von Aluminiumchlorid. Man kann annehmen, dass diese secundäre Umwandlung in der Natur sehr langsam verlief und in der Regel nicht zu einer völligen Entfernung der Äthylene führte.

Welche Reagentien eine solche secundäre Veränderung des Erdöls bewirkt haben können, lasse ich dahingestellt. Da ich voraussehe, dass man — in Anlehnung an die von Ochsenius geäußerten Anschauungen — den Mutterlaugensalzen eine derartige Rolle zuschreiben wird, so bemerke ich, dass ich den gleichen Erfolg wie mit Aluminiumchlorid mittels anderer Metallchloride (wasserfreies Chlormagnesium, Chlorzink, Eisenchlorid) bisher nicht erzielen konnte.

Noch in einer anderen Hinsicht wird die Frage nach der Entstehung des Erdöls durch meine Untersuchungen berührt. Man kann sich bisher die Entstehung derjenigen Erdölsorten, welche Naphtene enthalten, nicht

erklären. Ich habe in Gemeinschaft mit Herrn Gärtner gezeigt, dass die Destillationsproducte der Braunkohlen Naphtene enthalten, und die gleiche Thatsache hat kürzlich Herr Neffen für den schottischen Schiefertheer festgestellt. Es gibt somit bituminöse Substanzen, welche bei der trockenen Destillation Naphtene liefern und damit fällt die erwähnte Schwierigkeit weg.

Elektrochemie.

Herstellung von Eisenlegirungen auf elektrolytischem Wege. Der Ofen von J. Heibling (D.R.P. No. 86 503) besteht aus einem Schacht, dessen Inneres aus Kohlenziegeln *A* (Fig. 114) und dessen Äusseres aus

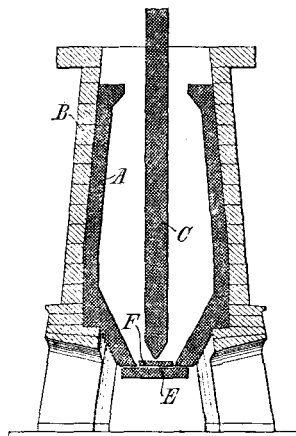


Fig. 114.

feuerfesten Ziegeln *B* hergestellt ist. Die Schachtsohle ist beweglich, und zwar ist der eine Theil *F* aus Gusseisen und der andere, ebenfalls bewegliche, auf welchem *F* aufruhrt, aus Kohlenziegeln *E* gebildet. Die Kohlenziegel werden in der Weise hergestellt, dass man in geschlossenen gusseisernen Formen ein entsprechendes Gemenge von pulverisirtem Koks oder Graphit und Theer zusammenbacken lässt. Dieser Ofen dient als — Elektrode; als + Elektrode verwendet man einen Kohlenstab *C* von einem Durchmesser entsprechend der Tiefe des Ofens und der zur Verwendung gelangenden Stromstärke.

In den Ofen wird ein Gemenge von gepulvertem Erz (Oxyd) und Kohlenstoff eingebracht. Als Flussmittel wird demselben gepulverter Ätzkalk in einem solchen Verhältniss beigemischt, dass mindestens 3 Mol. Kohlenstoff auf 1 Mol. Kalk kommen. Wenn die örtlichen Verhältnisse es gestatten, so wird diesem Gemenge auch die für die Le-

¹¹⁾ Ber. deutsch. chem. Ges. 28, 2501.

gierung gewünschte Menge Eisenoxyd mit der zur Reducirung des letzteren nöthigen Kohlenmenge hinzugefügt, um die Legirung von dem gewünschten Gehalt zu bekommen, wobei das Gewicht der gusseisernen Schachtsohle in Rücksicht zu ziehen ist. Um endlich das Silicium zum Theil abzuscheiden, wenn solches im Überschuss vorhanden ist, setzt man dem Ganzen eine entsprechende Menge von gepulvertem Flusspath hinzu. Der Regulus ist flüssig unter einer aus einer Calciumkohlenstoffverbindung bestehenden Schlacke, welche den Rest des Siliciums als Siliciumkohlenstoffverbindung gelöst enthält.

Herstellung von Metallniederschlägen auf elektrischem Wege. Die Vorrichtung von R. Heathfield und W.

lichen Metallstangen *J*, auf denen die zu metallisirenden Gegenstände liegen, Strom empfangen. Die Stangen *J* enden in einem an der Kopfseite der Trommel gelegenen Ringraum *K*, der zum Theil mit Quecksilber angefüllt ist. Letzteres steht beständig mit der positiven Stromzuleitung in Verbindung und gibt den Strom an die jeweilig überdeckten Stangenenden *T* ab.

Zur Elektrolyse von Metallsalzen, deren elektropositiver Bestandtheil mit Quecksilber Amalgam bildet, soll nach C. Kellner (D.R.P. No. 86 567) das Quecksilber mit dem gebildeten Amalgam aus der Zersetzungszelle entfernt und in von letzterer getrennte Zellen gefördert werden, welche mit je einer besonderen Elektrode versehen sind und

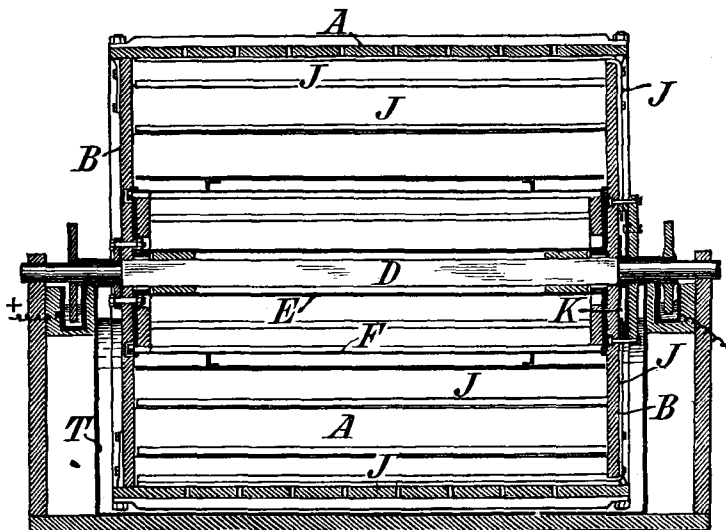


Fig. 115.

Stepney (D.R.P. No. 85 840) zum Versilbern oder Verkupfern von Metallgegenständen besteht aus einer in einem elektrolytischen Bade *T* (Fig. 114) befindlichen Trommel *B*. Die Anode um Trommelachse *D* besteht aus den mit der positiven Leitung verbundenen Rohren *E* und *F*, von denen das äussere durchlocht ist. Der Zwischenraum zwischen beiden Rohren wird mit kleinen Stücken desselben Metalles, welches niedergeschlagen werden soll, angefüllt. Statt dessen kann jedoch auch das äussere Rohr *F* fehlen und auf das Rohr *E* eine Anzahl von metallenen Anodenscheiben aufgesetzt werden. Die negative Stromleitung innerhalb der Trommel besteht aus Metallstangen *J*, die in der Längsrichtung der den Trommelumfang bildenden Holzleisten *A* angeordnet sind. Hierbei ist die Einrichtung getroffen, dass bei der Drehung der Trommel stets nur die unten befind-

durch Serienschaltung unter sich auf ein vom Zersetzungstrom unabhängiges Potential gebracht werden können.

Die Zersetzungszellen *a* (Fig. 116 bis 118), in welchen das Metallsalz durch den Strom gespalten wird, sind von den Bildungszellen *b*, d. h. jenen Räumen, in welchen das als Kathode verwendete Quecksilber das amalgamirte Metall (z. B. Natrium oder Kalium) abgeben soll, vollständig getrennt. Um eine elektrische Verbindung zwischen Zersetzung- und Bildungszelle hintanzuhalten, darf das übergeführte Quecksilber nicht zusammenhängen, was beispielsweise dadurch erreicht werden kann, dass das aus der Zersetzungszelle *a* durch Rohr *c* ausfliessende Quecksilber, welches in dieser Zelle die Kathode *k* gebildet hat, in einen getheilten Kipptrog *d* fliesst, um durch abwechselnde Entleerung der einen oder anderen Trogabtheilung in das Zuflussrohr *e* der Bildungszelle *b* über-

geführt zu werden. Diese Bildungszelle steht mit der zweiten Zelle b_1 , gegebenenfalls diese mit einer dritten u. s. w. auf gleiche Art in Verbindung, während aus der letzten Bildungszelle das Quecksilber in die zugehörige Zersetzungszelle a zurückgeführt wird, wozu die Rohre f und g und eine eingeschaltete Pumpe p , sowie ein Kipptrog d_1 dienen.

Sämmtliche Zersetzungszellen a bez. deren Kathoden k und Anoden n können parallel

schreibt das in der Zuckerfabrik Stepanowka eingeführte Verfahren.

Der Diffusionssaft gelangt nach Austritt aus dem Messgefäß in einen Schnitzelfänger, erhält dann eine Zugabe von 0,25 Proc. Kalk und wird bis zu einer Temperatur von 80° erwärmt. Unter dem Einflusse des Kalkes und der Wärme bildet sich dann eine Abklärung und in diesem Zustande kommt der Saft zur Elektrolyse. Die Elektrolyse findet

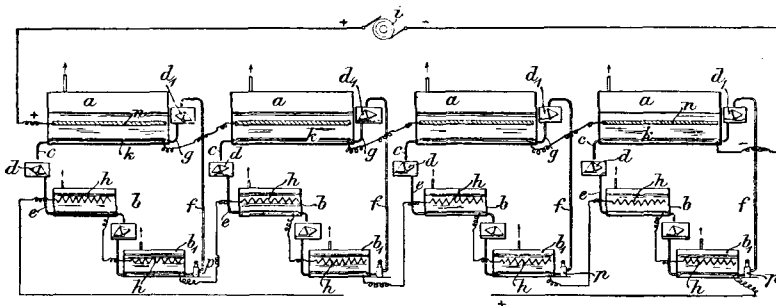


Fig. 116.



Fig. 117.



Fig. 118.

oder hinter einander geschaltet sein; die Bildungszellen b b_1 der einzelnen Zersetzungszellen sind dagegen in der Weise hinter einander geschaltet, dass dem durch das Quecksilber mitgeführten Amalgam in jeder dieser Zellen eine besondere Elektrode h entgegengestellt ist, wobei das Amalgam der ersten Zelle b mit der Elektrode der zweiten Zelle b_1 und das Amalgam dieser Zelle mit der Elektrode h der nächsten Zelle verbunden ist u. s. w.

Von einer eigens zu diesem Zwecke mit niederer Spannung arbeitenden, von der Hauptdynamo i unabhängigen Stromquelle l wird nun durch alle hinter einander geschalteten Bildungszellen b b_1 , b b_1 . . . ein Strom gesendet, welcher die Wasserzersetzung beschleunigt und infolge dessen das Quecksilber von dem Metall befreit. Die Bildungszellen können jedoch auch zufolge des in ihnen durch die Wechselwirkung der Elektroden h und des Amalgams erzeugten Stromes als Stromquelle zur Leistung äusserer Arbeit benutzt werden, in welchem Falle natürlich die Dynamo l entfällt und bez. andere Zersetzungszellen eingeschaltet werden können.

Elektrolytische Saftreinigung nach dem Verfahren von Schollmeyer & Huber¹⁾. A. Baudry (Österr. Zucker. 1896, 238) be-

sofort statt, das Entweichen des Wasserstoffes, Sauerstoffes und Kohlensäuregases führt die Bildung eines immer dichter werdenden Schlammes und eines klebrigen Niederschlages auf die Kathoden herbei, welcher Niederschlag dem Stromlaufe einen grossen Widerstand entgegensetzen würde, wenn man nicht von Zeit zu Zeit die Stromrichtung wechselte, um diesen Niederschlag abzustossen, der alsdann zu Boden fällt. Der ins Elektroden-Reservoir gelangte schwarze Rohsaft fliesst nach 15 bis 20 Minuten mit einer schönen gelblichen Farbe zur Saturation. Von dieser Station ab offenbart sich die Wirkung der Elektrolyse, indem die gewöhnlich verwendete Menge Kalk um 40 bis 50 Proc. vermindert werden kann und die Saturation viel schneller und viel leichter erfolgt. Mit derselben Kesselzahl kann man ferner ohne Mühe die Arbeit um 25 bis 30 Proc. erhöhen; die Schaumbildung ist geringer als gewöhnlich und die Menge des zum Unterdrücken des Schaumes nöthigen Fettes kann um 60 bis 70 Proc. herabgesetzt werden.

Für die tägliche Verarbeitung von 4095 hk Rüben ist ein Strom von 5,5 Volt und 850 Amp. erforderlich.

Über die Wirkung der Elektrolyse werden folgende Angaben gemacht. Gekalkter Rohsaft vor und nach der Elektrolyse:

¹⁾ Vgl. Fischer's Jahresb. 1894, 427; 1895, 388 und 809.

Datum	Brix		Proc. Zucker		Reinheit		Ver- besse- rung des Quo- tienten
	vor	nach	vor	nach	vor	nach	
7. Oct.	11,86	11,68	10,57	10,68	89,10	91,0	2,3
8. -	13,09	12,59	11,30	10,99	86,30	87,3	1,0
10. -	12,05	11,93	10,62	10,78	88,10	90,3	2,2
11. -	11,67	11,86	10,05	10,42	86,10	87,8	1,7

Als man den Stromdurchlauf länger andauern liess, erzielte man folgende Resultate:

	Rohsaft	Während 3 Stunden elektrolysirter Saft	
Wasser	86,68	87,32	
Zucker	10,92	11,08	
Asche	0,41	0,30	(abzüglich Zinksalze)
Organischer Nichtzucker . .	1,99	1,30	
	100,00	100,00	
Reinheitsquotient	81,98	87,38	
Organischer } .	10,92	11,08	
Quotient } .	1,99	1,30	= 8,52.

Es wurde daher der Reinheitsquotient um 5,4 und der organische Quotient um 3,04 verbessert. Der elektrolysirte Saft war klar, obgleich noch etwas schwärzlich. Der gesammelte Niederschlag bestand aus:

	nass	trocken
Wasser	81,10	—
Zucker	10,30	54,50
Asche	0,42	2,22
Zinkoxyd	4,40	23,28
Organische Stoffe { stickstoffhaltig	1,90	10,05
{ stickstofffrei	1,88	9,95

Für 20 Proc. im Niederschlage befindliche organische Stoffe verbrauchte man

sultate, da der elektrische Strom nur noch einen bereits vom grössten Theile seiner Unreinheit befreiten Saft zu verbessern hat. Es genügt dann eine kurze Zeit, um seine Wirkung zu zeigen und dem Saft 75 bis 80 Proc. seiner Färbung zu nehmen, was bei einem ohne Kalk erwärmten Rohsaft nicht stattfinden würde.

Nachstehend einige Versuche zur Bekräftigung des eben Gesagten:

	Rohsaft	Defecirter Saft	Defecirter und elektrolysirter Saft
Wasser	88,16	88,95	89,16
Zucker	9,74	9,82	9,80
Asche	0,48	0,36	0,31
Nichtzucker- Quotient . . .	1,62	0,87	0,73
Reinheitsquotient	82,26	88,20	90,40
Organischer Quotient . . .	6,0	11,29	13,42
Färbung	—	100,00	17,00
Alkalinität . .	—	0,092	0,090

Die einfache Defecation hatte den Reinheitsquotienten von 82,26 bis 88,20, also um 5,94 Proc. erhöht und den organischen Quotienten um 5,29 Proc. verbessert. Um ein ähnliches Resultat mit Elektrolyse allein zu erzielen, wäre eine Stromzeit von 3 bis 4 Stunden erforderlich gewesen. Von den Messgefässen bis zum Austritt aus der Elektrolyse hat der Saft somit 90,40—82,26 = 8,14 Proc. an Reinheit gewonnen; ein derartiger Saft braucht zur Saturation weniger Kalk.

	Rohsaft	Defecirter Saft		Elektrolysirter Saft	
		2 g Ca O	5 g Ca O	2 g Ca O	5 g Ca O
Wasser	87,23	87,41	87,50	87,83	88,00
Zucker	10,60	11,00	10,96	10,80	10,62
Asche	0,41	0,34	0,35	0,31	0,33
Organische Stoffe .	1,76	1,25	1,19	1,06	1,05
Reinheitsquotient .	83,02	87,36	87,68	88,74	88,50
Alkalinität . . .	—	0,075	0,170	0,098	0,185
Färbung	schwarz	roth- dunkel	gelb- röthlich	weissgelb	goldgelb

23,28 Proc. Zinkoxyd oder 18,7 Proc. Metall. Dies sind also theuer erkaufte Resultate. Die Anwendung der Elektrolyse als alleiniger Reinigungsmodus der Rohsäfte ist daher unmöglich. Es ist eben nicht rationell, von der immerhin theuren elektrischen Kraft zu verlangen, mit Kalk in Concurrenz zu treten, welch letzterer bedeutend billiger ist als die Metalle, die in Form von Elektroden zu verbrauchen sind. Schollmeyer verwendet gleichzeitig mit der Elektrolyse Kalk, und hierin liegt das Geheimniss vom Erfolge seines Verfahrens.

Der in kleinen Mengen verwendete Kalk (etwa 2,5 g im Liter) gibt im Schollmeyer'schen Verfahren bemerkenswerthe Re-

In vorliegendem Falle war der mit 2 g trocknen Kalkes im Liter abgeklärte Saft nach der Elektrolyse heller als der nach der Abklärung mit 5 g Kalk elektrolysirte.

Ein Rohstoff bestand aus:

Wasser	86,940
Zucker	10,980
Asche	0,480
Organische Stoffe (stickstoffhaltig)	0,660
- (stickstofffrei)	0,940

Reinheitsquotient 84,0

Organischer Quotient $\frac{10,98}{1,60} = 6,86$

Derselbe Saft nach der Behandlung (mit 3,6 g trocknen Kalkes im Liter) und nach der Elektrolyse ergab:

	Abgeklärter Saft 3,6 g Ca O	Abgeklärter u. elektrolysirter Saft
Wasser	87,520	87,750
Zucker	10,980	11,000
Asche	0,350	0,340
Organische Stoffe { stickstoffhaltig	0,603	0,515
{ stickstofffrei	0,547	0,395
Reinheitsquotient	87,98	89,80

Die betreffenden Gewichte der erhaltenen Niederschläge nach der Defecation allein und nach der Defecation und Elektrolyse betragen nach Trocknung an der Luft während einiger Stunden im Liter Saft 64 g und 126 g und enthielten im Ganzen:

	Nach Defecation	Nach Defecation und Elektrolyse
Organische Stoffe { stickstoffhaltig	1,03	2,106
{ stickstofffrei	4,82	6,402

Diese Resultate müssen noch richtig gestellt werden, um den nicht gefällten organischen, vom Saft mitgeführten Unreinigkeiten Rechnung zu tragen — Stoffe, welche diese Niederschläge noch nach dem Abtropfen auf dem Filter zurückhalten. Die Fällung durch Defecation allein enthielt 8,32 g Zucker, daher ungefähr 75,7 g ursprünglichem Saft entsprechend; da nun in diesem Saft vorhanden war:

Volumenproc.:

Organische Stoffe { stickstoffhaltig	0,603 g
{ stickstofffrei	0,547 -

Gewichtsproc.:

Organische Stoffe { stickstoffhaltig	0,578 g
{ stickstofffrei	0,522 -

so muss man von unserem Niederschlage abziehen:

Organische Stoffe { stickstoffh.	$0,578 \times 75,7 = 0,437$
{ stickstofff.	$0,522 \times 75,7 = 0,395$
oder $1,03 - 0,437 = 0,593$ stickstoffh. organ. Stoffe	
$4,82 - 0,395 = 4,425$ stickstofff.	-

Dieselbe Berechnung für den durch Defecation und Elektrolyse zusammen gebildeten Niederschlag wiederholend, finden wir, dass man

Organische Stoffe { stickstoffhaltig	0,580 g
{ stickstofffrei	0,445 -

abziehen muss.

Da das Volumen Saft, womit diese Versuche angestellt wurden, 1,05 Liter betrug, so waren also wirklich gefällte Stoffe vorhanden:

	Durch Kalk allein	Durch Kalk und Elektrolyse
Stickstoffhaltige Stoffe	0,564	1,450
Stickstofffreie Stoffe	4,210	5,670

Die Elektrolyse fällt also beinahe dreimal mehr stickstoffhaltige Stoffe als die gewöhnliche Defecation.

Elektrolyse von Schlemphen des Entzuckerungsbetriebes wurde versucht (Z. Elektrochem. 1896, 573).

Versuch 1. Angewandt wurde hierzu eine Schlempe von 20° Brix (= 1,09 sp. Gew.), welche in zwei durch ein Diaphragma getrennte Behälter vertheilt war. Die Stärke des Stromes war 40 bis 60 Watt (2 V., 20 bis 30 A.). Am positiven Pol entstand eine stark saure, angenehm riechende Flüssigkeit, am — Pol eine Zunahme

der Alkalität und Abscheidung von SrO und CaO an den Elektroden. Die Elektrodenkohle am + Pol war stark corrodirt.

Die am + Pol elektrolysirte Flüssigkeit gab eine Aschenmengung von 1,985 Proc.; am negativen Pol waren aus der Flüssigkeit erhalten worden 8,410 Proc. Asche. Die Analyse dieser Aschen ergab:

	+ Pol	— Pol
K ₂ CO ₃	0,000 g	4,8779 g
Na ₂ CO ₃	0,1129 -	2,0869 -
KCl	0,7077 -	0,7748 -
K ₂ SO ₄	0,4930 -	0,4781 -
NaCl	0,4973 -	0,0000 -
Mergel u. s. w.	0,2275 -	0,2050 -

Auf Phosphorsäure wurde bei den ersten Versuchen nicht geprüft, obwohl dieselbe zur Berechnung der Kalicarbonatmenge von einigem (unwesentlichem) Werth ist. Ebenso wurde auf den Stickstoff keine Rücksicht genommen. Aus vorstehenden Zahlen berechnen sich Aschen von folgender Zusammensetzung:

K ₂ CO ₃	0,00 Proc.	59,36 Proc.
NaCO ₃	6,23 -	25,40 -
KCl	39,08 -	9,43 -
NaCl	27,46 -	0,00 -
K ₂ SO ₄	27,22 -	5,82 -

In absoluter Menge angewandter Substanzen wären also vorhanden gewesen:

am + Pol (1 l Schlempe)	am — Pol (2 l Schlempe)
K ₂ CO ₃	0,00 g
NaCO ₃	1,13 g
KCl	7,08 -
NaCl	4,97 -
K ₂ SO ₄	4,93 -
	18,11 g
	164,36 g

In der Summe der beiden Aschen von 182,4 g wären also enthalten

K ₂ CO ₃	53,5 Proc.
Na ₂ CO ₃	23,4 -
KCl	12,4 -
NaCl	2,7 -
K ₂ SO ₄	7,9 -

Es wird mithin von den vorhandenen

22,57 g KCl
4,79 - NaCl
14,49 - K ₂ SO ₄

am positiven Pol

7,08 g KCl
4,79 - NaCl
3,93 - K ₂ SO ₄

nun zu finden, und die Schlempekohle beziehungsweise Asche enthält am — Pol 97,558 g Kaliumcarbonat.

Aus Vorstehendem würde sich also folgende Veränderung der Schlempekohle für normale Verhältnisse ergeben:

$$57,0 \text{ Proc. K}_2\text{CO}_3 \text{ (Normal-Schlempekohle)} \\ + \frac{13,0 \text{ (KCl)}}{300} \cdot 92,6 + \frac{4,0 \text{ Proc. K}_2\text{SO}_4}{300} \cdot 79,3 \\ = 62,04 \text{ K}_2\text{CO}_3.$$

Die Summe von Arbeit, die zu diesem elektrolytischen Vorgange nöthig ist, wäre ausserordentlich hoch im Verhältnisse zum erzielten Erfolge; ausserdem blieb bei dieser Arbeit ein erheblicher Verlust an Total-schlempekohle, welcher durch das gebildete

Gemenge von Chloralkalien und Kalisulfat nicht ausgeglichen würde.

Versuch 2. Am + Pol war destillirtes Wasser, am — Pol Schlempe von 40° B. vorgelegt worden; Dauer des Versuches 4 Stunden bei öfterer Reinigung der Elektroden.

Am + Pol erhalten:	am — Pol erhalten:
K ₂ CO ₃ 0,0000 g = 0,0 Proc.	13,4531 g = 54,4 Proc.
Na ₂ CO ₃ 0,0843 - = 5,8 -	6,0873 - = 24,6 -
KCl 0,7993 - = 55,2 -	1,7469 - = 7,1 -
NaCl 0,3434 - = 23,7 -	- - -
K ₂ SO ₄ 0,2211 - = 15,3 -	3,456 - = 14,0 -
1,4481 g	24,7433 g

In absolut erhaltenen Gewichtsmengen würden resultiren am

+ Pol	— Pol
K ₂ CO ₃ 0,000 g	269,062 g
Na ₂ CO ₃ 0,211 -	121,746 -
KCl 1,988 -	69,120 -
NaCl 0,858 -	0,000 -
K ₂ SO ₄ 0,553 -	34,938 -
3,620 g	494,866 g

In 500 g dieses Aschegemisches wären also enthalten:

K ₂ CO ₃	53,8 Proc.
Na ₂ CO ₃	24,4 -
KCl	14,2 -
NaCl	0,2 -
K ₂ SO ₄	7,1 -

Von den vorhandenen 71,118 g KCl und 35,49 g K₂SO₄ sind am positiven Pol zu finden 1,998 g KCl (= 2,8 Proc.) und 0,553 g K₂SO₄ (= 1,5 Proc.).

Berechnet man die stattgehabte Verbesserung wie in Vorstehendem, so würden sich statt 57 Proc. K₂CO₃ 57,38 Proc. K₂CO₃ ergeben, dies ist aber ein nicht nennenswerther Erfolg und ist derselbe wahrscheinlich auch hauptsächlich auf Kosten der Diffusion zu setzen.

Versuch 3. Dauer des Versuches 1,7 Stunden, angewandt zum Beginn des Versuches vor Erwärmen der Schlempe 90 bis 100 Watt, schliesslich etwa 60 bis 70 Watt (30 V. 2 A.). Die zu elektrolysirende Schlempe spindelte ursprünglich 21,6 Bx. (= sp. Gew. von 1,090) und war stark alkalisch (1,5 Proc.). Zur Elektrolyse gelangten am + Pol 2 l, am — Pol 1 l.

A. Ursprüngliche Schlempe. Die Menge an Salzen in vorhingenannter Schlempe von 21,6 Bx. betrug 6,63 Proc.

Die Aschenanalyse dieser Schlempe ergab:

K ₂ CO ₃	51,266 Proc.
Na ₂ CO ₃	23,401 -
KCl	17,513 -
K ₂ SO ₄	6,528 -
K ₃ PO ₄	0,400 -

In 3 l Schlempe (mit 6,636 Proc.) wären mithin 199,08 g Asche vorhanden, welche enthalten:

K ₂ CO ₃	102,060 g
Na ₂ CO ₃	46,607 -
KCl	34,856 -
K ₂ SO ₄	12,996 -
K ₃ PO ₄	0,796 -
Polarisation	1,818 (wie früher)
Polarisation und Inversion	4,836 -

B. Schlempenasche gebildet am positiven Pol. Nach etwa 15 St. war diese Schlempe

stark sauer und von angenehmem Geruch. Aus 2 l waren durch Verdampfung erhalten 1,65 l, welches Quantum indess wieder auf 2 l verdünnt wurde; die Schlempe spindelte in diesem Zustande 16,3 Brix und hatte einen Salzgehalt von 4,246 Proc.

Die 4,246 Proc. Salze = 84,92 g enthielten:

K ₂ CO ₃	49,674 Proc. = 42,183 g
Na ₂ CO ₃	18,917 - = 16,064 -
KCl	22,364 - = 18,991 -
K ₂ SO ₄	9,676 - = 8,217 -
K ₃ PO ₄	0,400 - = 0,340 -

C. Schlempenasche gebildet am negativen Pol. Nach 15 St. war diese Schlempe stark alkalisch und besass eine in Sr(OH)₂ ausgedrückte Alkalität von 7,5 Proc. und ein spec. Gew. von 25,2 Brix (1,107 spec. Gew.). Der Salzgehalt betrug 9,751 Proc. = 97,51 g und war bei der Analyse wie folgt ausgekommen:

K ₂ CO ₃	66,115 Proc. = 64,469 g
Na ₂ CO ₃	22,831 - = 22,262 -
KCl	7,642 - = 7,452 -
K ₂ SO ₄	4,597 - = 4,482 -
K ₃ PO ₄	0,290 - = 0,283 -

Daraus geht hervor, dass eine wesentliche Verbesserung des Kaliumcarbonats der Schlempen durch den elektrischen Strom hauptsächlich auf Kosten des Chlorkaliums wohl möglich ist; die Anwendung der Elektrizität wäre indess in ihren Kosten weit über die erzielte Verbesserung hinausgegangen.

Folgende Versuche wurden ohne Membran mit möglichst concentrirten Schlempen und bei unbedingter Reinhaltung der Elektroden vorgenommen.

Untersuchtes Material	Procentische Zusammensetzung durch Elektrolyse erzielter Schlempenasche				
	K ₂ CO ₃	Na ₂ CO ₃	KCl	K ₂ SO ₄	Rest
Schlempe v. 35° Bé.	62,35	20,49	6,94	5,98	3,79
- - 38° -	63,14	18,99	6,74	5,98	5,15
- - 40° -	63,00	18,88	6,66	5,63	5,83
- - 44° -	64,44	18,42	5,74	5,89	5,51
(nicht elektroly- sirte ursprüngl. Schlempe	53,44	20,89	13,98	7,77	3,92

Reinigen concentrirter Schwefelsäure durch Elektrolyse. Nach P. Askenasy (D.R.P. No. 86 977) soll man die zu reinigende concentrirte Schwefelsäure eine Zeit lang der Elektrolyse unterwerfen und die entstehenden Zersetzungsproducte auf die Säure einwirken lassen. Zersetzt man nämlich concentrirte Schwefelsäure mittels des elektrischen Stromes, so entsteht Ozon, fein vertheilter Schwefel und Schwefelwasserstoff. Das so entstandene Ozon soll zur directen Verbrennung der in der concentrirten Schwefelsäure enthaltenen organischen Stoffe und zur Zersetzung etwa vorhandener Salzsäure unter

Bildung von Chlor geeignet sein, ferner soll der frei gewordene, in sehr feiner Vertheilung abgeschiedene Schwefel im Verein mit dem Schwefelwasserstoff die etwa vorhandenen Stickstoffoxyde reduciren und der Schwefelwasserstoff die vorhandenen Metallsalze ausfällen, so dass die Zersetzungsproducte eines geringen Theils der Säure genügen, die Hauptmenge der Säure vollständig zu reinigen.

Man hat bereits vorgeschlagen, Schwefelsäure mittels Elektrolyse zu concentriren; dabei zersetzte man aber nur das in der Säure enthaltene Wasser oder verdampfte es durch die Wärmeentwicklung des elektrischen Stromes. Hatte bei einer solchen Behandlungsweise die Säure einen solchen Concentrationsgrad erreicht, bei welchem die oben angegebene Zersetzung hätte eintreten können, so unterbrach man den Process und war ersichtlich bemüht, die angegebene Zersetzung zu vermeiden; diese Zersetzung aber direct zur Reinigung der Säure zu benutzen, wie oben angegeben, war unbekannt.

Bei der Ausführung des neuen Verfahrens arbeitet man derartig, dass man die rohe, durch Metalle u. s. w. verunreinigte und durch organische oder andere Stoffe gefärbte Schwefelsäure bei Zimmertemperatur oder wenigstens nicht zu hoher Temperatur eine gewisse Zeit lang elektrolysiert. Die dabei verwendeten Elektroden bestehen vortheilhaft aus Blei und sind nicht durch Diaphragmen von einander getrennt. Während der Elektrolyse hält man die Flüssigkeit in Bewegung, beginnt jedoch mit der Bewegung erst, nachdem die Elektricität bereits eine Zeit lang auf die ruhende Flüssigkeit eingewirkt hat. Es wird vortheilhaft mit einer Stromdichte von 1 bis 2 Amp. auf 1 qdc gearbeitet, wobei eine Klemmenspannung von 6 Volts genügt.

Unter dem Einfluss des elektrischen Stromes entwickelt sich zunächst an der positiven Elektrode Ozon, der die färbenden organischen Stoffe nach einigen Stunden völlig verbrennt, so dass die Säure wasserhell wird. Gleichzeitig scheidet sich an der negativen Elektrode Schwefel in äusserst fein vertheilter Form aus, der sich als Wolke im Elektrolyten vertheilt und die etwa vorhandene Salpetersäure oder andere vorhandene Stickstoffoxyde vollständig reducirt, so dass nach Beendigung der Operation in der Flüssigkeit keine Salpetersäure mehr nachweisbar ist. Die etwa vorhandenen, in der Flüssigkeit gelösten Metalle werden dabei gleichzeitig als Sulfate ausgefällt. Etwa vorhandene Salzsäure wird grösstentheils durch das Ozon unter Entweichen von Chlor zersetzt;

auch geht ein sehr geringer Theil als Chlorblei an die positive Elektrode.

Nach Beendigung der Elektrolyse kann die Säure in verschiedener Weise weiter verarbeitet werden. So kann man die Säure beispielsweise erhitzen, wobei der sich sonst erst nach langer Zeit absetzende schwefelhaltige Niederschlag zusammenschmilzt, und die Flüssigkeit dann abziehen, wenn man nicht die Elektrolyse schon bereits bei erhöhter Temperatur vorgenommen hat. Auch kann man die Flüssigkeit nach der Elektrolyse mit Wasser verdünnen, worauf sich der Schwefel leicht abscheidet und der noch vorhandene, jetzt zur directen Wirksamkeit gelangende Schwefelwasserstoff gewisse, etwa noch in Lösung befindliche Metalle niederschlägt. Auch kann man durch ein geeignetes Filter abfiltriren.

Brennstoffe, Feuerungen.

Bestimmung der nutzbaren Verbrennungswärme der Brennstoffe. K. Kroeker (Z. Zucker. 1896, gef. einges. Sonderabdruck) betont, dass die Berechnung des Brennwerthes aus der Elementaranalyse sehr unsicher ist¹⁾, dass aber auch die Bestimmung der Verbrennungswärme, wie sie mit dem Mahler'schen bez. Hempel'schen Apparat ausgeführt wird, für die Werthschätzung einer Kohle allein nicht maassgebend sei; man habe in der Beziehung diese Methode bedeutend überschätzt. Verschiedene Verdampfungsversuche führten ihn darauf, dass der Wassergehalt der Verbrennungsproducte bestimmt werden muss.

Auf die Nothwendigkeit, das verflüssigte und das dampfförmig entweichende Wasser bei Brennwerthbestimmungen zu berücksichtigen, hat zuerst F. Fischer (Fischer's Jahresb. 1885, 1208; 1893, 2) hingewiesen. Kroeker führt diese Bestimmung auch mit der Berthelot'schen Bombe aus. Diese²⁾ besteht aus einem stählernen Gefäss mit fest aufschraubbarem Deckel. Der äussere Durchmesser des Gefässes beträgt 72 mm, der lichte Durchmesser 52 mm, die Höhe 120, die Wände des Gefässes sind 10 mm stark. Das Gefäss fasst 200 ccm. An dem Boden befinden sich 3 Füsse von 4 mm Höhe, welche durch Anfeilen aus dem verstärkten Boden erhalten sind und welche bewirken, dass die Bombe in dem Calorimeter auf allen Seiten von Wasser umgeben ist. Die Öffnung des Gefässes ist mit einem 25 mm langen Gewinde ausge-

¹⁾ Vgl. Ferd. Fischer: Chemische Technologie der Brennstoffe. (Braunschweig 1896.) S. 547.

²⁾ Geliefert von J. Peters, Berlin, Thurmstr. 4.

stattet, in welches der Kopf der Bombe eingeschraubt wird. Der Kopf ist ebenfalls aus Stahl gedreht. Derselbe ist abweichend von dem Kopf der Hempel'schen und Mahler'schen Bombe mit zwei gasdicht verschliessbaren Kanälen ausgestattet. Ausser dem Kanal, welcher für die Einführung des Sauerstoffs gemacht ist, geht noch ein zweiter Kanal, der im Inneren des Gefässes durch ein Platinröhrchen bis auf den Boden fortgesetzt ist, durch den Kopf der Bombe. Diese zweite Durchbohrung gestattet es, nach Beendigung der Verbrennung die Verbrennungsgase, bez. das condensirte Wasser aus der Bombe hinauszutreiben. Beide Kanäle sind von oben durch Ventile gasdicht verschliessbar. Ausser diesen beiden Kanälen besteht noch eine dritte Durchbohrung, durch welche ein Platindraht isolirt durchgeführt ist. Bei der Isolirung dieses Drahtes musste darauf Bedacht genommen werden, dass die Bombe im Laufe der Untersuchung auf 105° erhitzt wird. Es musste also eine Isolirung gewählt werden, welche die Erwärmung ohne Schädigung verträgt. Es wurde deshalb von der complicirten Isolirung, welche Hempel bei seiner Bombe anwendet, abgesehen und der Platindraht lediglich mit einem guten, sehr starkwandigen Gummischlauch abgedichtet. Das obere Ende des Schlauches ragt etwas über den Kopf hinaus und wird mit etwas Quecksilber gefüllt, damit bei den Verbrennungen bequem leitende Verbindung mit einer Elektrizitätsquelle hergestellt werden kann. Dieser Platindraht ragt ungefähr 6 cm in das Innere der Bombe hinab. Ihm gegenüber befindet sich ein zweiter Platindraht, welcher mittels einer Eisenfassung in den Kopf der Bombe elektrisch leitend eingeschraubt ist. Diese beiden Drähte sind an ihren Enden hakenförmig umgebogen, so dass ein Thonschälchen an ihnen angehängt werden kann. Die Innenseite der Bombe ist emailirt. Hempel versieht die Bombe im Innern durch Glühen in einem Strome von Wasserdampf mit einer Schicht Eisenoxyd, welche gegen den Sauerstoff, sowie gegen die Producte der Verbrennung indifferent sein soll. Bei den Arbeiten mit dieser Bombe hat Kroecker indessen jederzeit feststellen können, dass diese Annahme nicht ganz zutrifft; er hat deshalb die Verbrennungskammer mit einer Emailleschicht auskleiden lassen.

Nachdem sowohl das Gefäss, als auch der Kopf durch kurzen Aufenthalt in einem Trockenschranke von jeglicher anhaftenden Feuchtigkeit befreit sind, wird der zu untersuchende Kohlencylinder mittels der beiden

herausragenden Drahtenden an den beiden Poldrähnen befestigt und zur Sicherung das Thonschälchen eingehängt. Nunmehr wird der Kopf auf das Gefäss aufgeschraubt und ein Gasrohr mit Manometer angeflanscht, welches an dem anderen Ende mit einer Sauerstoffbombe verbunden wird. Jetzt lässt man den Sauerstoff langsam in die Verbrennungskammer hinübertreten. Während des Einfüllens des Sauerstoffs stellt man die Verbrennungsbombe zweckmässiger Weise in ein Gefäss mit Wasser. Sind 15 Atm. Druck erreicht, so wird die Sauerstoffbombe geschlossen und das Ventil zugedreht. Die Verbindungen werden gelöst, das Verbindungsrohr abgeflanscht, die Bombe ist nun fertig für die Verbrennung. Die Bombe wird zunächst sorgfältig getrocknet (damit das Wasser im Calorimetergefäss nicht vermehrt wird) und dann in das Calorimeter gesetzt. Ist die Verbrennung beendet, so nimmt man die Bombe aus dem Calorimeter heraus, trocknet sie wieder sorgfältig und flanscht an jeden Kanal ein kleines Messingrohr an. Nunmehr setzt man die Bombe in ein Ölbad. An das eine Rohr wird ein Chlorcalciumrohr angeschlossen, das andere Rohr wird mit einer Trockenvorlage verbunden, durch welche mittels zweier Flaschen Luft gedrückt wird. Man öffnet zunächst das Ventil ganz wenig und lässt mit mässiger Geschwindigkeit die Verbrennungsgase aus der Bombe durch das Chlorcalciumrohr strömen. Ist der Druck der Gase in der Bombe verschwunden, so öffnet man noch das zweite Ventil und lässt in derselben Geschwindigkeit getrocknete atmosphärische Luft durchtreten. Während dessen hat man mit einer Spiritusflamme das Ölbad auf 105° erwärmt. Das bei der Verbrennung gebildete Wasser, welches verflüssigt war, verdampft nun wieder, wird hinausgetrieben und in dem Chlorcalciumrohre aufgefangen.

Metallhaltige Kohle. In der Provinz Mendoza, Argentinien, ist ein grosses Lager einer Kohle aufgeschlossen, welches nach einer Untersuchung (Eng. Min. 61, 81) 15 Proc. Asche enthält; diese enthält 2,9 Proc. Vanadin und 0,23 Proc. Platinmetalle (vgl. Fischer: Chemische Technologie der Brennstoffe 1896 S. 548).

Zur Erhöhung der Leuchtkraft von Erdöl will N. Baron (D.R.P. No. 86 689) dasselbe mit Paraffin und Walrath ersetzen; ersteres soll die Brenndauer des Erdöles verkürzen, letzteres dieselbe wieder verlängern. Angeblich wird am besten auf 2 Th.

reinstes, hartes, weisses Paraffin 1 Th. fester und harter Walrath benutzt. Von der zerkleinerten oder geschmolzenen Mischung genügen 0,3 g für eine Lampe von 500 cc Fassung. Die Wirkung hält alsdann 4 Tage an, während welcher Zeit also stets reines Petroleum aufgegossen werden kann.

Erdölgeneratorfeuerung für Flammöfen von C. Schwalme und F. Busta (D.R.P. No. 85 738). Das Erdöl wird vergast, dann verbrannt.

Acetylenverdünnung. Wenn man Acetylen bei gewöhnlichem Druck verbrennt, so erhält man eine rothe russende Flamme. Um die Berührungsflächen zwischen Verbrennungsluft und dem zu verbrennenden Acetylen zu vergrössern, soll nun nach L. M. Bullier (D.R.P. No. 85 759) das brennbare Gas mit Stickstoff oder einem anderen inerten, weder selbst brennbaren noch die Verbrennung unterhaltenden Gase verdünnt werden, und alsdann dieses verdünnte Gas in den gebräuchlichen Brennern und Leuchtapparaten zur Verbrennung gelangen.

Bewerthung der ausgenutzten Gasreinigungsmasse. Nach F. Auerbach (J. Gasbel. 1896, 258) wäre es sehr wünschenswerth, wenn in der Bestimmung des Berlinerblaus in den Massen ein einheitliches Verfahren durchgeführt würde, da heute noch ganz unglaubliche Differenzen vorkommen. Von den drei in Betracht kommenden Methoden eignet sich am besten die Knublauch'sche dazu, da sie die einzige ist, welche direct das Ferrocyan in den Massen bestimmt. Die Methode von Moldenhauer und Leybold, welche das Eisen des Ferrocyan bestimmt, gibt zu hohe Resultate (u. zw. in manchen Fällen um 2 bis 3 Proc. zu hoch), weil in den alkalischen Auszügen der Massen, wie sich leicht nachweisen lässt, ausser den Ferrocyanalzen oft noch andere Eisenverbindungen vorhanden sind. Die Methode von Drehschmidt bestimmt das Cyan des Ferrocyan und soll, wenn man sicher gehen will, dass kein anderes Cyan mit bestimmt wird, mit der Knublauch'schen Methode combinirt werden. Dann geht aber der Hauptvorthiel der Drehschmidt'schen Methode, die kurze Zeit ihrer Ausführung, wieder verloren, und die Knublauch'sche Methode ist durch ihre Einfachheit und die geringe Zahl der auszuführenden Operationen vorzuziehen. Die Unsicherheit in der Erkennung der Endreaction schwindet in den Händen geübter Analytiker auf ein sehr geringes Maass zusammen, so dass die

Methode Knublauch in denjenigen Laboratorien, wo fortlaufend eine grosse Zahl von Blauanalysen ausgeführt wird, Resultate von ausreichender Genauigkeit und guter Übereinstimmung liefert.

Der Blaugehalt sollte stets auf Originalsubstanz (nicht auf Trockensubstanz) bezogen werden, da er ja nur in dieser Form für den Verkaufwerth der Massen maassgebend ist. Natürlich muss daneben der Feuchtigkeitsgehalt angegeben werden, um etwaigen Differenzen zwischen Käufer und Verkäufer als Unterlage zu dienen. Solche Differenzen erklären sich gewöhnlich durch ein Austrocknen des Probemusters vor bez. bei der Absendung oder umgekehrt durch ein Feuchtwerden der Masse nach der Musterabsendung. Auch in der Feuchtigkeitsbestimmung kommen von Seiten verschiedener Analytiker grosse Differenzen vor, die bei der einfachen Vorschrift, die Masse bei einer 70° nicht übersteigenden Temperatur bis zur Gewichtskonstanz zu trocknen, unbegreiflich erscheinen.

Was den für das Procent Blau gezahlten Preis herunterdrückt, ist nicht sowohl die Menge der wasserlöslichen Salze, als die dadurch manchmal bedingte schmierige Consistenz der Massen. Letztere wird aber noch häufiger durch einen Theergehalt der Massen oder auch durch die zur Auflockerung verwendeten Materialien hervorgerufen. Wenn von Seiten der Chemiker ein hoher Rhodan ammoniumgehalt monirt wird, so geschieht dies vorwiegend im Interesse der Gasanstalten, da das im Rhodan ammonium enthaltene Cyan für die Blaubildung verloren gegangen ist, während sich, bei Anwendung von kalk- und alkalifreien Reinigungsmassen und bei möglichst vollständiger Ammoniakabsorption vor der Reinigung, Rhodanbildung fast ganz vermeiden lässt. Ähnliches gilt vom schwefelsauren Ammoniak; auch die Bildung dieses Salzes, hervorgerufen durch zu starke Erhitzung der Massen bei der Regeneration, ist fast immer mit einem Blauverlust verknüpft. Ein hoher Gehalt an schwefelsaurem Ammoniak lässt auch die Befürchtung offen, dass sich die verkaufsfertigen Massen noch im Zustande der inneren Verbrennung befinden und bis zur Ablieferung weiter an Blau abgenommen haben.

Da die meisten Massen so feucht sind, dass sie sich zusammenballen, ist es nur ausnahmsweise möglich, vor dem Trocknen das Muster durch Absieben auf eine bestimmte Korngrösse zu bringen. Man muss schon bei der Entnahme des Durchschnittsmusters die Knollen zerdrücken und zertheilen. Dann gelingt es leicht, durch systematisches Fort-

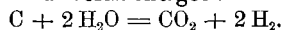
schreiten zu immer kleineren Mustern ein vollständig genaues Durchschnittsmuster herzustellen, welches zur Wasserbestimmung verwendet wird. Zur Blauanalyse wird die Masse nach dem Trocknen und Pulvern gesiebt und gemischt.

Kohlenstaubfeuerung. Cario (Z. Ing. 1896, 436) bemerkt, dass die Einführung der Kohlenstaubfeuerungen während des letzten Jahres nicht die Fortschritte gemacht habe, welche zu erwarten waren. Der Grund lag darin, dass die Kohlenmüllerei sich erst entwickeln musste, und wenn man die grossen Mengen der zu vermahlenden Kohlen berücksichtigt, so kommt man zu der Erkenntniss, dass es sich hierbei um die Entstehung einer ganz neuen Industrie handelt.

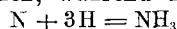
Von den bisher vornehmlich versuchten Constructionen sind zwei anzuführen. Die eine ist die Centrifugal-Walzenmühle „Propfe-Mühle“, die andere eine das Mahlgut schleudernde Mühle „Dissipator“. Jene besitzt selbstthätige feststehende Sichtung, indem der Raum zwischen zwei Mahlringen von einer Gazewand umgeben ist, durch welche der genügend feine Staub mittels der umlaufenden Mahlwalzen hindurchgeschleudert wird. Der Dissipator arbeitet ohne Sichtung. Die mit Sichtung eingerichtete Propfemühle liefert ein vollkommen feines, gleichmässiges Material, welches durch ein Sieb mit 900 Maschen auf 1 qc geht, ohne mehr als 1 Proc. Rückstand zu geben. Nachweislich werden 1700 k getrocknete Braunkohle stündlich mit 17 P vermahlen, auf 1 Stundenpferd kommen also 100 k. Die Sichtung beschränkt aber die Leistung der Mühle um so mehr, je feuchter das Material ist. Grubenfeuchte oder feuchter Witterung ausgesetzt gewesene Steinkohle ist z. B., ebenso wie natürliche Braunkohle, nicht mehr mahlfähig, da die Siebflächen sich bald versetzen und verstopfen, der Kraftverbrauch auch unverhältnissmässig stark zunimmt. Wie stark hemmend die Sichtung auf die Mühle wirkt, kann man an dem Vergleich mit dem Dissipator ermassen, welcher stündlich 2700 k Steinkohlenmahlgut mit 13 P oder 200 k für 1 Stundenpferd liefert. Allerdings ist das Erzeugniss weniger vollkommen als das vorhergenannte, da die Sichtung einer Probe durch das 900-Maschensieb etwa 10 bis 12 Proc. griesförmige Rückstände ergab, deren Beseitigung durch Vervollkommnung der Einrichtung für diesen Zweck nicht sicher erscheint. Es ist keineswegs ausgeschlossen, dass die Propfe-Mühle ohne Siebsichtung bei entsprechender Abänderung dieselbe Leistung ergibt. Übrigens ist es als wahrscheinlich zu betrachten, dass mehrere Procent Griesbestandtheile dem Effecte der Kohlenstaubfeuerung keinen Abbruch thun werden, und dann kann allerdings die Mahlfrage schon heute als gelöst bezeichnet werden; denn 200 k Staub auf 1 P bedeuten bei Steinkohle mit 7 facher Verdampfung einen Mahlkohlenverbrauch von 1,5 k auf 200 k Mahlgut, also $\frac{3}{4}$ Proc. der gemahlenden Kohle.

Unorganische Stoffe.

Zur Gewinnung von Ammoniak wird nach C. Pieper (D.R.P. No. 87061) Torfkoks in nussgrossen Stücken in einer drehbaren Retorte erwärmt, um das Wasser zu entfernen und den Torf zu entgasen. Dann wird Wasserdampf eingeleitet, um den Kohlenstoff zu verflüchtigen:



Die erforderliche Wärme muss von aussen zugeführt werden, während die Reaction



etwas Wärme entwickelt.

Am vortheilhaftesten werden diese Arbeitsbedingungen für Torfkoks bei kaum beginnender sehr schwacher Rothwärme erreicht, einer Temperatur, die sehr erheblich unter dem Dissociationsgrade des Ammoniaks liegt. Nach Beendigung des Schwelprocesses wird für den sog. Dämpfprocess die Retorte weiter erwärmt und zugleich eine solche Menge bez. ein so heisser Strahl von Wasserdampf in die Retorte eingeführt, als nach Maassgabe der Analysen der Rohmasse erforderlich ist, lediglich zur Zersetzung der in der Retorte vorhandenen stickstoffhaltigen Kohle. Als Product dieser Zersetzung wird neben Kohlensäure Wasserstoff erzeugt, dessen einer Theil sich mit dem im status nascens mit ihm zusammenstreichenden Stickstoff zu Ammoniak verbindet, während der Überschuss mit der Kohlensäure gemengt abgeht. Diesem Gemisch von Ammoniak, Wasserstoff und Kohlensäure wird in einer Schwefelsäurevorlage der Gehalt an Ammoniak entzogen. In der Retorte bleibt dann stickstofffreie Kohle, in der Schwefelsäurevorlage schwefelsaures Ammoniak zurück, und als weiteres Product des Dämpfprocesses wird sog. Wasser gas erhalten, welches zur Beheizung der Retorte verwendet wird. Nach Austreibung des Stickstoffs aus dem Koks in der Retorte, welche gleichzeitig mit der Entstehung von brennbarem Gase beendet ist, wird die Trommel unter Luftabschluss von dem stickstofffreien Koks entleert.

Zur Darstellung von Krystalsoda in kleinen Krystallen bringt man nach P. Wunder (D.R.P. No. 87177) entsprechend 100 Th. Ammoniaksoda 290 Th. Sodalösung von 36 bis 37° B. bei 25 bis 40° in ein Rührgefäss mit Heiz- und Kühlvorrichtung. Unter stetem Erhitzen rührt man nun sehr stark und setzt 1,5 Th. Seife in 4 Th. Wasser gelöst zu. Nach 15 bis 20 Minuten bildet die Sodalösung eine weisse rahmähnliche Masse. Jetzt kühlt man dieselbe plötzlich unter fortdauerndem Rühren bis 65° ab,

wobei sie etwas zusammenfällt und dabei ihre grösste Consistenz erreicht. Nun setzt man eine gleiche Menge Seifenlösung wie oben noch hinzu, kühlt und rührt weiter bis 55°. Die Bereitung der Masse ist nun zu Ende, sie sieht wie feinste Schlag-
sahne aus und wird zur Krystallisation in flache, etwa 5 cm hohe Schichten ausgegossen.

Es empfiehlt sich nicht, die Masse unter der Krystallisationstemperatur der Soda bei etwa 36° auszugiessen, da sonst der Erfolg in Frage gestellt wird. Die Masse erstarrt zu einem Haufwerk von grösseren und kleineren Kryställchen, welches sofort versendbar ist. Aus 100 Th. Ammoniaksoda erfolgen je nach Grädigkeit 265 bis 270 Th. einer schneeweissen Soda, welche das Ansehen von grob gemahlenem Raffinadezucker hat. Sollte die Masse nach völligem Erstarren noch feucht sein, so ist der Verdunstung beim Rühren und Erhitzen nicht genügend Rechnung getragen. Man trocknet dann etwas nach.

Herstellung von Ammoniak und Sulfiden, Regenerirung von Schwefel aus Schwefelwasserstoff und Reinigung schwefelwasserstoffhaltiger Gase und Flüssigkeiten. Nach Goerlich und Wichmann (D.R.P. No. 87135) hat sich ergeben, dass bei der Behandlung von Nitritlösung mit Schwefelwasserstoff bis zur Sättigung auf 1 Mol. Nitrit 5 Mol. Schwefelwasserstoff aufgenommen werden und dass bei dieser Sättigung die Reaction in befriedigender Weise vor sich geht. Die Einführung von 3 Mol. Schwefelwasserstoff genügt schon, um eine Umsetzung des Nitritstickstoffes in Ammoniak zu bewirken. Es scheint, dass sich zunächst freies Ammoniak bildet; ein Theil des Schwefels bleibt zuerst in Lösung, während ein anderer Theil ausfällt. Nur bei Überschuss von Schwefelwasserstoff scheinen sich Sulfhydrate zu bilden:

$\text{XNO}_2 + 3\text{H}_2\text{S} = \text{XOH} + 3\text{S} + \text{NH}_3 + \text{H}_2\text{O}$,
wobei ein Theil des Schwefels gelöst bleibt, vermuthlich als Oxy-sulfid. Die im Anfang ausserordentlich langsam vor sich gehende Absorption beschleunigt sich in dem Maasse, als Sulfid entsteht und sich anhäuft, und wird später unter bedeutender Wärmeentwicklung sehr lebhaft. Die Absorption kann beschleunigt werden, wenn am Anfang etwas Sulfid oder Alkali zugesetzt wird. Die Flüssigkeit wird gelb durch Bildung von Sulfiden, und Schwefel scheidet sich aus. Das Ammoniak wird als freies Ammoniak oder in Form von Schwefelammonium durch Destillation gewonnen.

Das Verfahren soll zunächst zur gewerblichen Gewinnung von Ammoniak zu verwenden sein und sich namentlich vorthellhaft an solche Verfahren anschliessen, bei welchen Schwefelwasserstoff oder Sulfide als lästige und schwer verwertbare Nebenproducte entstehen, wie z. B. bei dem Leblanc-Sodaprocess und bei der Leuchtgasbereitung. Der letzte Fall ist zugleich ein Beispiel für die Verwerthung des Verfahrens in anderer Hinsicht, nämlich zur Reinigung eines Gasgemisches von dem in ihm enthaltenen Schwefelwasserstoff, so dass hierbei zwei Zwecke: die Gewinnung eines Nebenproductes und die Reinigung des Hauptproductes zugleich erreicht werden. Im Allgemeinen wird sich nicht nur vorhandener Schwefelwasserstoff durch das Verfahren beseitigen lassen, sondern er wird durch vorgängige Zufügung des Nitrits überhaupt an der Bildung verhindert werden können oder in statu nascendi in Schwefel und Wasser umgesetzt werden, wie dies beispielsweise bei der Darstellung von Rhodansalzen aus Schwefelkohlenstoff und Ammoniak festgestellt wurde. Die löslichen Schwefelmetalle werden entweder direct verwerthet oder behufs Umwandlung in Carbonate und Regeneration des Schwefelwasserstoffes mit Kohlensäure behandelt.

Farbstoffe.

Farbstoffe aus der Gruppe des m-Amidophenolphthaleins nach Badische Anilin- und Sodafabrik (D.R.P. No. 87028).

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von Farbstoffen aus der Gruppe des m-Amidophenolphthaleins, darin bestehend, dass man an Stelle des im Hauptpatent No. 44 002 benutzten Phtalsäureanhydrids Phtalonsäure mit Diäthyl-m-amidophenol, Dimethyl-m-amidophenol, Monoäthyl-, Monomethyl- und Äthylbenzyl-m-amidophenol, Monophenyl-, Monotolyl- und Äthylphenyl-m-amidophenol, ferner Dimethyl- und Diäthyl-m-amidokresol mit oder ohne Zusatz von Condensationsmitteln erhitzt.

Disazofarbstoffe erhält man nach L. Casella & Cp. (D.R.P. No. 86828) mit γ -Amidonaphtolsulfosäure.

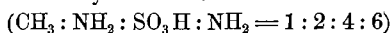
Patentanspruch: Neuerung in dem durch Pat. No. 55 648 und dessen Zusätze geschützten Verfahren zur Herstellung von gemischten Disazofarbstoffen aus γ -Amidonaphtolsulfosäure, darin bestehend, dass man den Zwischenkörper aus Tetrazodiphenylamin und γ -Amidonaphtolsulfosäure, statt mit den im Patentanspruch 2 des Pat. No. 82 694 genannten Körpern, hier mit α - oder β -Oxynaphtosäure vereinigt.

Primäre Disazofarbstoffe erhalten dieselben (D.R.P. No. 86848) mit Amidonaphtolen.

Patentanspruch: Verfahren zum Färben und Drucken von Baumwolle und Baumwollgeweben, darin bestehend, dass die mit $\alpha_1\beta_3$ - oder $\alpha_1\beta_4$ -Amidonaphtol (1 Mol.) in alkalischer Lösung imprägnierte Textilfaser mit p-Nitrodiazobenzol (2 Mol.) in essigsaurer oder sodaalkalischer Lösung behandelt wird.

Gelben Farbstoff aus Toluylendiaminsulfosäure von K. Oehler (D.R.P. No. 86940).

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung eines gelben Baumwollfarbstoffs, darin bestehend, dass man Toluylendiaminsulfosäure



mit Nitro-m-phenylendiamin an Stelle des im Hauptpatent angewendeten m-Phenylendiamins combinirt.

Polyazofarbstoffe von P. Remy (D.R.P. No. 86791).

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Darstellung von Polyazofarbstoffen mittels der m-Phenyl- bez. Toluylenoxaminsäure, darin bestehend, dass man die aus 1 Mol. eines Diamins (Benzidin, Tolidin, Dianisidin), 1 Mol. einer Sulfosäure eines Amins oder Phenols und 1 Mol. der m-Phenyl- bez. Toluylenoxaminsäure darstellbaren gemischten Disazofarbstoffe weiter diazotirt und mit 1 Mol. eines Amins oder Phenols oder deren Sulfo- oder Carbonsäuren kuppelt.

2. Die specielle Ausführungsform der nach Anspruch 1 entstehenden Farbstoffe unter Verwendung nachstehender Amine, Phenole, Amido- und Phenolsulfo- oder Carbonsäuren als Componenten:

Phenol,
Resorcin,
 α -Naphtol,
 β -Naphtol,
 α_1, α_2 -Naphtolsulfosäure,
 β -Naphtoldisulfosäure, R,
 α -Oxynaphtoësäure,
 β -Oxynaphtoësäure,
Salicylsäure,
o-Kresotinsäure,
Anilin
Toluidin } und deren Sulfosäuren,
Xylidin }
m-Phenylendiamin } und deren Sulfosäuren,
m-Toluylendiamin }
Naphtionsäure.

Desgl. D.R.P. No. 86792.

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von Polyazofarbstoffen mittels Phenyl- bez. Toluylenoxaminsäure, darin bestehend, dass man die nach dem Verfahren des Patentes No. 86791 entstehenden Farbstoffe der Behandlung mit verdünnter Säure am Rückflusskühler unterwirft zwecks Abspaltung des Oxalsäurerestes.

Einführung von Hydroxylgruppen in Anthrachinonabkömmlinge nach

Farbenfabriken vorm. Fr. Bayer & Cp. (D.R.P. No. 86968).

Patentanspruch: Die Ausführung des durch Anspruch 1 des Hauptpatentes (81481) geschützten Verfahrens unter Anwendung von Anthragallol und Rufigallussäure mit oder ohne Zusatz von Salpetersäure, salpetriger Säure oder ihrer Salze.

Alizarincyanine aus Anthrachinonderivaten erhalten dieselben Farbenfabriken (D.R.P. No. 86969) mittels Überchlorsäure. In eine Lösung von 10 k Anthrachryson in 200 k Schwefelsäure von 66° B. werden bei 100 bis 150° 5 k Kaliumperchlorat eingetragen, wobei eine lebhafte Reaction eintritt. Die Einwirkung ist beendet, wenn das Anthrachryson verschwunden ist. Die Schmelze wird in bekannter Weise aufgearbeitet, wobei als Hauptproduct Hexaoxyanthrachinon erhalten wird.

Man löst 10 k Anthrachinon in 200 k 20 proc. Oleum und trägt langsam unter sorgfältigem Umrühren 10 k Kaliumperchlorat ein, indem man Sorge trägt, dass die Temperatur nicht über 150° steigt. Als Zwischenproduct der Oxydation bildet sich neben anderem Chinizarin, das aber bald weiter hydroxylirt wird. Als Endproduct entsteht Hexaoxyanthrachinonsulfosäure, die in bekannter Weise weiter verarbeitet wird.

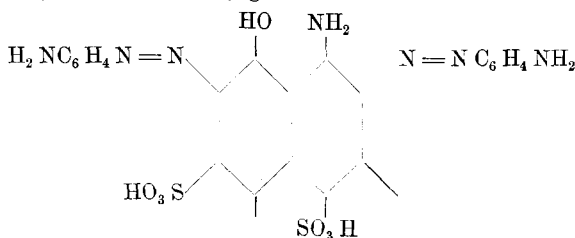
In eine Lösung von 10 k Alizarin in 200 k Oleum von 20 Proc. Anhydridgehalt werden nach und nach unter Umrühren 6 k fein gepulvertes Kaliumperchlorat eingetragen, indem man Sorge trägt, dass die Temperatur nicht über 30° steigt. Man rührt hierauf noch einige Stunden gut durch, bis die Reaction vollendet ist. Hierauf giesst man in 20 hl Eiswasser, dem 10 k Bisulfitt zugesetzt sind, kocht auf und filtrirt; der Rückstand besteht aus Hexaoxyanthrachinon, welches in bekannter Weise gereinigt wird.

Ganz analog verläuft der Process, wenn man an Stelle des Anthrachinons oder der in obigen Beispielen genannten Hydroxylderivate des Anthrachinons irgend welche andere Hydroxylderivate des Anthrachinons der oxydirenden Wirkung der Überchlorsäure unterzieht.

Patentanspruch: Neuerung in dem Verfahren des Patentes No. 62018 und seiner Zusätze, darin bestehend, dass man an Stelle des Braunsteins oder analog wirkender Substanzen, oder des Sauerstoffes des elektrischen Stromes hier Überchlorsäure oder ihre Salze zur Darstellung von Farbstoffen der Alizarincyaninreihe aus Anthrachinon oder seinen Hydroxylderivaten verwendet.

Primärer Disazofarbstoff der Actiengesellschaft für Anilinfabrikation (D.R.P. No. 86814).

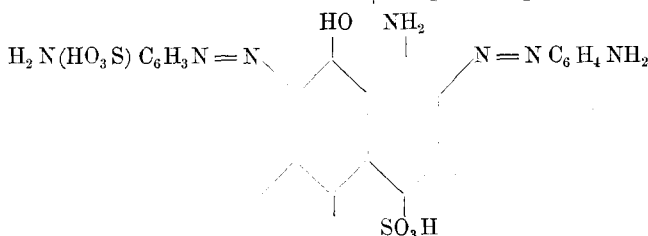
Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung eines Baumwolle direct färbenden Azofarbstoffes, darin bestehend, dass man entweder das nach den Angaben des englischen Patentes No. 515/94 aus 2 Mol. p-Nitrodiazobenzol und 1 Mol. $\alpha_1 \alpha_4$ -Amidonaphtol- $\alpha_2 \beta_3$ -disulfosäure (Patent No. 80741) ge-



bildete Product mit Schwefelalkalien reducirt oder das aus 2 Mol. diazotirtem Acetyl-p-phenylendiamin und der vorgenannten Säure gebildete Combinationsproduct verseift.

Direct färbende Polyazofarbstoffe erhält dieselbe Actiengesellschaft (D.R.P. No. 86915) aus Disazofarbstoffen.

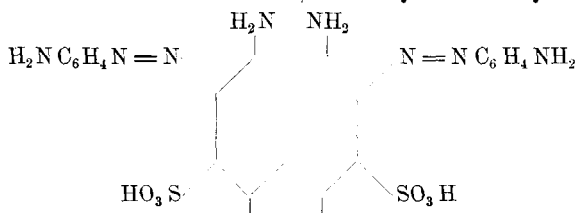
Patentanspruch: Neuerung in dem Verfahren des Pat. 84390 bez. des Pat. 86199, darin bestehend, dass man an Stelle der dort zur Verwendung gelangenden Tetrazoverbindungen hier die Tetrazoverbindung des durch nachstehende Con-



gekennzeichneten Productes mit 2 Mol. m-Toluylen-diamin combinirt.

Fernerer Zusatzpat. No. 87023.

Patentansprüche: 1. Neuerung in dem Verfahren des Pat. 84390, darin bestehend, dass man an Stelle der dort zur Verwendung gelangenden Tetrazoverbindung hier die Tetrazoverbindung des durch nachstehende Con-

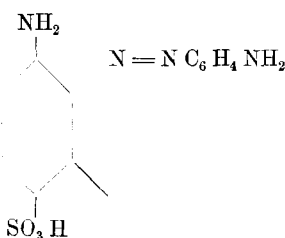


gekennzeichneten Productes verwendet und dieselbe mit Aminen, Phenolen, Amidophenolen combinirt.

2. Als besondere Ausführungsform des in Anspruch 1 gekennzeichneten Verfahrens die Darstellung von Farbstoffen aus der oben erwähnten Tetrazoverbindung und 2 Mol. m-Toluyldiamin bez. β -Naphthol.

Fernerer Zusatzpat. No. 87024.

Patentanspruch: Neuerung in dem Verfahren des Pat. 84390, darin bestehend, dass man an Stelle der dort benutzten Tetrazoverbindung hier die Tetrazoverbindung des Productes nachstehender Con-



stitutionsformel:
mit 2 Mol. m-Toluyldiamin bez. β -Naphthol combinirt.

Rosinduline erhält dieselbe Actiengesellschaft (D.R.P. No. 86943) aus o-Amidophenylaminsulfosäure und α -Naphthylamin.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Darstellung von Rosindulinen, darin bestehend, dass man moleculare Mengen von α -Naphthylamin oder seinen Derivaten und o-Amidodiphenylaminsulfosäure mit Oxydationsmitteln behandelt.

2. Als besondere Ausführungsform des in Anspruch 1 gekennzeichneten Verfahrens die Dar-

stellung von Rosindulinen durch Oxydation von o-Amidodiphenylaminsulfosäure mit α -Naphthylamin, Äthyl- α -naphthylamin oder α_1 -Naphthylamin- β_3 -monosulfosäure.

Basischer Farbstoff der Pyrongruppe. Nach Farbwerk Mühlheim (D.R.P. No. 86967) entsteht Diäthylamidoditolylmethanoxyd durch Wasserabspaltung

aus dem Condensationsproduct Formaldehyd + Monoäthyl-o-amido-p-kresol

($\text{CH}_3 : \text{NHR} : \text{OH} = 1 : 2 : 4$,

vergl. Patentschrift No. 84988, Kl. 12). Man erhält durch Erhitzen mit conc. Schwefelsäure (etwa 3 Th.) auf dem Wasserbad eine gelbrothe Schmelze, welche sich in Wasser mit rother Farbe und grüngelber Fluorescenz löst.

Zur Darstellung des Farbstoffs giesst man die Schmelze in 2 Th. Wasser, versetzt mit 2 Th. Salzwasser und 1,3 Th. Eisenchloridlösung von 1,14 spec. Gew. und erhitzt auf dem Wasserbade, bis der Farbstoff sich krystallinisch abgeschieden hat. Man filtrirt ab, wäscht mit heissem, verdünntem Salzwasser nach und presst. Zur Reinigung löst man den Presskuchen in etwa 50 Th. Wasser heiss auf, filtrirt nach dem Erkalten und versetzt das Filtrat mit Natriumnitratlösung, wodurch sich das Nitrat des Farbstoffs krystallinisch abscheidet.

Der Farbstoff färbt mit Tannin gebeizte Baumwolle in rothen Tönen an und ist bedeutend gelbstichiger wie die Farbstoffe des Hauptpatentes 59 003.

Patentanspruch: Die Darstellung eines Farbstoffs der Pyrongruppe, dadurch gekennzeichnet, dass statt der im Hauptpatent benutzten Tetralkyldiamidodiphenylmethanoxyde hier Diäthylamidoditolylmethanoxyd der Einwirkung von Oxydationsmitteln unterworfen wird.

Rosinduline der Actiengesellschaft für Anilinfabrikation (D.R.P. No. 87 207).

Patentansprüche: 1. Neuerungen in dem Verfahren des Hauptpat. 86 943, darin bestehend, dass man die o-Amidodiphenylaminsulfosäure durch ihre Homologen ersetzt.

2. Die besondere Ausführungsform des unter 1. geschützten Verfahrens, darin bestehend, dass man an Stelle der o-Amidodiphenylaminsulfosäure die o-Amidophenyl-p-tolylaminsulfosäure und o-Amidophenyl-m-xylylaminsulfosäure verwendet.

Violette bis blaue basische Farbstoffe erhalten die Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning (D.R.P. No. 86 971) aus alkylirten Safraninen und aromatischen Diaminen.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Darstellung von blauen basischen Farbstoffen, darin bestehend, dass man alkylirte Safranine mit Diaminen der aromatischen Reihe in indifferenten Lösungsmitteln unter Druck auf Temperaturen von 150 bis 200° erhitzt.

2. Die besondere Ausführung des durch Patentanspruch 1 geschützten Verfahrens unter Anwendung folgender am Stickstoff alkylirter Safranine, erhalten durch Zusammenoxydiren von Dimethyl- bez. Diäthyl-p-phenylendiamin mit je 2 Mol. Anilin, Toluidin oder Xylidin oder mit je einem Mol. Anilin und Toluidin, Anilin und Xylidin oder Toluidin und Xylidin, sowie folgender Diamine: Diamidodiphenylmethan, Diamidoditolylmethan, Diamidodixylilmethan, p- oder m-Phenylendiamin und folgender Lösungsmittel: Wasser, Äthyl-, Methyl- oder Amyl-Alkohol-, Glycerin bez. Gemenge derselben.

Blaue basische Oxazinfarbstoffe vom Farbwerk Mühlheim vorm. A. Le-onhardt & Cp. (D.R.P. No. 86 966).

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Darstellung blauer bis blauvioletter basischer Farbstoffe, darin bestehend, dass bei dem durch die Patente No. 74 690, 81 242, 74 918, 75 243, 82 921, Anspruch 1, und 82 922 geschützten Verfahren die dort verwendeten Nitrosoderivate hier durch Nitrosoamidophenol bez. -kresol ersetzt werden.

2. Abänderung des unter 1. charakterisirten Verfahrens dahin, dass statt der dort genannten Nitrosoamidophenole hier deren Säurederivate angewendet und die damit gebildeten acylirten Farbstoffe verseift werden.

Ferner D.R.P. No. 87 133.

Patentansprüche: 1. Ausführungsform des durch die Patente No. 75 753, 81 371 und 84 667 geschützten Verfahrens, bestehend in dem Ersatz der Nitrosodialkylamidokresole durch Nitrosomonoalkyl-o-amido-p-kresole.

2. Ausführungsform des durch Patent No. 75 753 und dessen Zusätze, sowie durch Patent No. 49 844, Anspruch 1, geschützten Verfahrens, bestehend in dem Ersatz der dort verwendeten Nitroso- bez. Azoverbindungen durch Azoverbindungen der Monoalkyl-o-amido-p-kresole.

Strontiumhaltige Azofarbstofflacke. Nach C. Deney (D.R.P. No. 86 970) werden die besten Farbstofflacke hergestellt durch Fällung von löslichen Farbstoffen auf einen weissen Körper, insbesondere durch Hinzufügung von gelöstem Chlorbaryum zu einer Lösung von Farbstoff und Soda; das so entstehende Baryumcarbonat reisst den Farbstoff mit sich. Der auf diese Art gebildete Farbstofflack ist in den Tapeten- und Buntpapierfabriken durch seine gute Streichfähigkeit und seinen weichen Ton geschätzt. Wenn man das Baryumsalz durch ein lösliches Strontiumsalz ersetzt, erzielt man einen technischen Erfolg, indem die so hergestellten Farbstofflacke ein besonderes Feuer haben und durch Schönheit der Nüance ausgezeichnet sind. Diese Lacke sind sehr farbkraftig; um dieselbe Menge von Farbstofflack von derselben Nüance zu erzeugen, braucht man eine bedeutend geringere Menge Farbstoff als bei der bisherigen Fabrikation mit Chlorbaryum. Wendet man statt Soda Glaubersalz an, so sind alle Lacke auf dem entstehenden Strontiumsulfat bedeutend bläustichiger, gerade so wie die auf Baryumsulfat (Blanc fixe) erhaltenen Lacke bedeutend blauer sind, wie die auf Baryumcarbonat hergestellten. Die im Handel erhältlichen Theerfarbstoffe, sowie auch natürliche Farbstoffe werden zum grösseren Theil als Strontiumlack mit Vortheil verwendet.

Besonders schöne orange und gelblich bis bläulich rothe feurige Nüancen werden erhalten aus den Azofarbstoffen aus Diazobenzolchlorid und seinen Homologen und

Sulfosäuren mit den Naphtolen und deren Sulfosäuren (Orange II, Crocein-Orange, Ponceau G, R, 2 R, 3 R u. s. w.), bläulich rothe und braune Nüancen aus α - und β -Diazonaphtylchlorid und deren Sulfosäuren mit den Naphtolen und deren Sulfosäuren (Echthoth A, B, C, D, E, B T u. s. w., Bordeaux S und R, Amaranth, Echthbraun O und N u. s. w.), rothbraune bez. blaue und gelbe Töne aus den Tetrazofarbstoffen aus Tetrazodiphenylchlorid und dessen Homologen mit Naphtylamin- und Naphtolsulfosäuren und Salicylsäure (Benzopurpurin B, 4 B, 10 B u. s. w., Chrysamin u. s. w.), während aus Tartrazin gelbe und aus dem natürlichen Farbstoff Flavin schöne gelbbraune Nüancen erhalten werden.

Auch manche im Handel nicht befindliche Azofarbstoffe, besonders der Farbstoff aus Diazobenzolchlorid und sulfanilsaurem Natron (gelblicher Nüance) und naphthionsaurem Natron, liefern brauchbare Resultate.

Mit Vortheil lässt sich die Herstellung des Farbstoffes gleichzeitig mit der Herstellung des Farblackes vereinigen, indem man zur kalt gehaltenen Diazolösung die nöthige Menge Strontiumchlorid und zur alkalischen Lösung des Phenols bez. Naphtols, deren Sulfo- oder Carbonsäure oder Amidosulfosäure so viel Sodalösung zugibt, um einerseits die Bildung des Azofarbstoffes zu ermöglichen, andererseits um das Strontium vollständig zu fällen. Die in der Tapetenindustrie so beliebten Marron-, Geranium-Lacke u. s. w. lassen sich in besonders leuchtender Nüance herstellen, theilweise durch reine Lacke von Bordeaux S oder R, insbesondere aber durch nachträglichen Anfärben der feurig rothen Lacke aus den Ponceaus mit anderen Theerfarben, z. B. Fuchsin oder Methylviolett, welche man durch Hinzufügen von Tannin noch nüanciren kann.

1 Th. Ponceau R wird in 200 Th. Wasser gelöst und zur Lösung 7 Th. Soda in Wasser gelöst und 1 Th. eisenfreie schwefelsaure Thonerde in Lösung hinzugefügt; hierauf gibt man unter Rühren nur so viel Chlorstrontium hinzu, bis der Farbstoff ausgefällt ist, zu welchem Zwecke 50 Th. einer Chlorstrontiumlösung von 28° B. genügen. Die aus käuflichem Strontianit durch Neutralisiren mit etwas verdünnter Salzsäure gewonnene rohe Chlorstrontiumlösung ist für diese Zwecke verwendbar. Der so erhaltene Farbstofflack wird in der Filterpresse filtrirt und entweder als Paste verwendet oder bei mässiger Temperatur getrocknet, gemahlen und gesiebt. Ohne die Nüance und die Weichheit der Farbe zu verändern, lassen sich in obigem Beispiel noch 2 Theile fein

gemahlenen Spaths, mit Wasser durch ein feines Sieb gerieben, zur Farbstofflösung vor dem Ausfällen hinzufügen.

12 Th. Xylidin werden in 27 Th. Salzsäure 20° B. und 1000 Th. Wasser gelöst und unter Zusatz von Eis mit 7 Th. Nitrit in Wasser gelöst diazotirt; zu dieser Diazolösung werden 3000 Th. Chlorstrontiumlösung von 28° B. unter Rühren hinzugefügt und dann sogleich die neue Mischung in eine Lösung von 40 Th. β -naphtoldisulfosaurem Natron (R-Salz) und 430 Th. wasserfreier Soda in 5000 Th. Wasser unter Rühren gegossen. Die fertige Farbe wird filtrirt und wie oben behandelt.

Stärke, Zucker.

Pentaglykosen im Pflanzen- und Thierkörper. Nach K. Goetze und Th. Pfeiffer (Landw. Vers. 47, 59) bilden sich die Pentaglykosen in den Pflanzen vom Beginne ihres Wachstums an. Besonders reich an Pentosen sind die Cerealien, erheblich weniger enthalten die Leguminosen. Vom thierischen Organismus werden die Pentaglykosen zum Theil resorbirt, zum Theil wieder ausgeschieden.

Dextrinartige Abbauproducte der Stärke untersuchte K. Bülow (Pflüger Arch. 62, 131). Amylodextrin wurde gewonnen durch Einwirkung von Kalilauge, Diastase oder Schwefelsäure auf Stärke. Die so gewonnenen Dextrine lösten sich alle mit Trübung in Wasser, färbten sich mit Jod blau und reducirten selbst nach längerem Kochen alkalische Kupferlösung nicht. Die Barytverbindungen des durch Kalilauge und Diastase hergestellten reinen Amylodextrins hatten gleiche Zusammensetzung. Im Gegensatz zu dem Amylodextrin von Lintner und Düll löste sich aber das Präparat nur schwer in heissem Wasser. Erythroextrin wurde durch Einwirkung von Diastase auf Stärke erhalten. Die in verschiedenen Versuchen gewonnenen Präparate bildeten schneeweiße Massen, welche sich leicht in Wasser lösten. Die meisten Präparate waren nicht ganz rein, da sie mit Jodlösung weinrothe Färbung mit einem Stich ins Blaue gaben; nur ein Präparat zeigte reine braunrothe Färbung. Die Fällungen mit Baryumhydrat mussten in alkoholischer Lösung vorgenommen werden, da der Niederschlag sonst zum Theil schmierig ausfiel. Die für die Barytverbindungen erhaltenen Werthe liegen ziemlich weit auseinander, doch scheint daraus hervorzugehen, dass das Erythroextrin ein kleineres Mole-

culargewicht hat als das Amylodextrin. Achroodextrin wurde aus Stärke und Diastase gewonnen. Die Präparate waren schneeweiss, lösten sich leicht in Wasser, reducirten alkalische Kupferlösung und wurden durch Baryt nicht in wässriger, sondern nur in alkoholischer Lösung gefällt. Die Barytverbindung ergab trotz der Abweichung zwischen den einzelnen Präparaten, dass das Moleculargewicht noch kleiner ist als das des Erythroextrins. Das Reduktionsvermögen des reinen Achroodextrins, nach einer Methode Nasse's geprüft, erwies sich geringer, als Lintner und Düll angegeben haben. Um das Achroodextrin zu reinigen, empfiehlt sich die fractionirte Fällung mit Barythydrat in alkoholischer Lösung und die Dialyse.

Glykosazon zur Bestimmung von Dextrose, Lävulose und Saccharose versuchten C. J. Lintner und E. Kröber (Z. Brauw. 1896, 153). Zu den Versuchen mit Dextrose wurden 1 bis 2 cc einer etwa 10 proc. Dextroselösung, 19 bez. 18 cc Wasser, 1 g Phenylhydrazin und 1 bis 1,5 g 50 proc. Essigsäure verwendet. Die Proben wurden 1 bis 2 Stunden im kochenden Wasserbad erhitzt, darauf mit 20 cc siedenden Wassers versetzt, die Osazone auf vorher gewogenem Filter, das mit siedendem Wasser angefeuchtet war, gesammelt, mit 60 bis 100 cc siedenden Wassers ausgewaschen und bei 105 bis 110° 3 Stunden lang getrocknet. Hauptbedingung für eine gute Bestimmung ist ein rasches Filtriren und Auswaschen.

Bei den Versuchen mit Saccharose ergab sich nach 1½ stündigem Erhitzen im siedenden Wasserbad, dass durch die Einwirkung der Essigsäure keine vollständige Inversion der Saccharose stattgefunden hatte, denn die gebildeten Mengen Osazon betrugen für 0,1 g Saccharose nur 0,015 bis 0,023 g. Deshalb wurde in den folgenden Versuchen die Saccharose vorher mit verdünnter Salzsäure invertirt, darauf die Salzsäure mit essigsaurem Natrium neutralisirt, die Flüssigkeit auf 20 cc aufgefüllt und 1 g Phenylhydrazin sowie 1,5 g 50 proc. Essigsäure hinzugefügt. 0,1 g Saccharose lieferten so behandelt 0,133 g Osazon.

Bei Gegenwart von Maltose wurde 1½ Stunden im Wasserbade erhitzt, da erfahrungsmässig das Maltosazon erst nach dieser Zeit in grössten Mengen gebildet ist. Durch die Anwesenheit von Maltose wird die Ausbeute an Dextrosazon ein wenig erhöht (0,1 g Dextrose lieferten im Mittel 0,104 g Osazon), wahrscheinlich, weil bei

Gegenwart von Dextrosazon schon in der Hitze geringe Mengen von Maltosazon auskrystallisiren, die beim Auswaschen mit siedendem Wasser nicht völlig wieder gelöst werden.

Bei Gegenwart von Dextrin (Achroodextrin) erwies sich ein Erhitzen von 1½ stündiger Dauer als unzureichend zur Ausfällung der grössten Mengen Dextrosazons. 0,1 g Dextrose lieferte nur 0,093 g Osazon. Bei 2 stündigem Erhitzen ergab sich eine höhere Ausbeute (0,1 g Dextrose lieferte 0,104 g Osazon), ein Beweis, dass die Gegenwart von Dextrinen die Ausfällung des Dextrosazons verzögert.

Anwesenheit von Dextrin und Maltose neben Dextrose erhöht bei genügend langem (2 stündigem) Erhitzen im Wasserbad die Ausbeute an Dextrosazon um ein Geringes. Es berechnet sich die Osazonmenge auf 0,106 g im Mittel für 0,1 g Dextrose.

Für die Praxis sind diese letzten Resultate die wichtigsten, da sie ermöglichen, mit Hilfe des Dextrosazons die Dextrose direct neben Maltose, Isomaltose und Dextrinen quantitativ zu bestimmen, was mit Hilfe der Reduction und Polarisation allein nicht ausführbar ist. Nicht minder wichtig dürfte die Anwendung zur Stärkebestimmung in Biertrebern u. dgl., überhaupt in solchen Stoffen sein, in denen neben Stärke noch Gummi und schleimige Stoffe vorhanden, welche nach dem Invertiren mit Säuren ebenfalls reducirende Körper, aber keine Dextrose geben.

Die zur Abscheidung der Dextrose als Osazon zu verwendende Flüssigkeit soll demnach nicht wesentlich mehr als 0,2 g Dextrose in 20 cc enthalten. Phenylhydrazin 1 g und ebensoviel 50 proc. Essigsäure. Erhitzungsdauer 1½, bei Gegenwart von Dextrin 2 Stunden. Waschwasser 60 bis 80 cc. Trocknen auf gewogenem Filter 3 Stunden. Factor 1 Osazon = 1 Dextrose, bei Gegenwart von Maltose und Dextrin = 1,04 Dextrose. Der Factor für Lävulose ist unter ähnlichen Bedingungen 1:1,43. Saccharose liefert unter obigen Bedingungen nur eine geringe Menge Osazon. Zur Bestimmung der Saccharose mit Phenylhydrazin muss zuvor invertirt werden. Factor 1 Saccharose = 1,33 Osazon. Bei Gegenwart von Saccharose fallen natürlich die Osazonwerthe für Dextrose etwas zu hoch aus.

Bezahlung der Rüben nach dem Zuckergehalte und dem Zuckerpreise. J. Curin (Z. Böhmen 20, 292) gibt für die Preisberechnung ein Diagramm.

Gallertausscheidung in Rübensäften, ähnlich dem sog. Froschlaich, wurde nach F. Glaser (Centr. Bakt. 2 No. 25) durch eine Bakterienart veranlasst. Mit der Gallertbildung geht eine Zersetzung des Rübenzuckers vor sich, wie dies die schon nach kurzer Zeit recht erhebliche Abnahme der Polarisation beweist. Während man aber bei Leuconostoc als Gährungsproduct Milchsäure fand, bildet sich durch die Zersetzungsthätigkeit des in Frage stehenden Spaltpilzes Alkohol in beträchtlicher Menge; der Rübensaft nimmt einen kleisterartig sauren Geruch an, lässt aber durch keine Reaction Milchsäurebildung erkennen.

Die Graufärbung des Rohzuckers beobachtete A. Herzfeld (Z. Zucker. 1896, gef. einges. Sonderabdr.) in verschiedenen Zuckerfabriken. Beachtenswerth ist, dass diese Fabriken sämmtlich Trockenscheidung betrieben, welche aber bald aus diesem, bald aus jenem Grunde nicht so wie es sein soll, durchgeführt werden konnte. Vor allem konnte der Saft nicht regelmässig so hoch vorgewärmt werden, wie es für eine gute Trockenscheidung unbedingt erforderlich ist und es fehlte in den Löschstationen gänzlich an einem mechanischen Rührwerk, was ein ebenso schwerer Fehler als der erstgenannte ist. Die Saturation hingegen wurde offenbar allorts tadellos gehandhabt, so dass die Löslichkeit der Eisenoxydul- und -oxydsalze in ungenügend saturirten Säften nicht eingetreten war, also auch nicht die Ursache der Färbung sein konnte¹⁾. In den Fabriken benutzte man als Indicator für die Dünnsaftalkalitätsbestimmungen Phenolphthalein, die Abläufe dagegen titrirte man mit Rosolsäure, die Alkalität des Rohzuckers wurde in der regelmässigen Betriebscontrole überhaupt nicht festgestellt.

Es ergab sich alsbald, dass die grauen oder rothgrauen Zucker ohne Ausnahme phenolphthaleinsauer waren, es ergab sich ferner, dass sobald phenolphthaleinalkalische Zucker hergestellt wurden, die Graufärbung verschwand und einem gesunden Farbenton Platz machte, so dass der Zucker im Handel nicht mehr beanstandet wurde. Es ist daher davor zu warnen, die Alkalität der Abläufe mit Rosolsäure zu bestimmen. Herzfeld hat Syrupe von mehr als 0,1 Rosolsäurealkalität unter den Händen gehabt, welche trotzdem phenolphthaleinsauer waren und beim Erhitzen zunehmende Inversion zeigten. Bei sehr starker Verdünnung der

Syrupe mit neutralem Wasser, welches man zuvor mit Phenolphthalein und Natronlauge bis zur beginnenden Rothfärbung versetzt hatte, kann man bei Tages-, elektrischem oder Gasglühlicht auch die Alkalität der Melassen bestimmen. Hingegen führt es zu argen Täuschungen, wenn der Chemiker, lediglich weil der Farbenumschlag bei Lampenlicht leichter zu erkennen ist, zur Rosolsäure zurückgreift. Es ist aber in Fabriken mit mangelhafter Scheidestation häufig durchaus nicht leicht, phenolphthalein-alkalische Füllmassen zu erhalten, da der Alkalitätsverlust während der Verdampfung um so grösser ist, je weniger vollständig die ursprüngliche Scheidung verlaufen war. In Folge dessen erhält man schliesslich nur rosolsäurealkalische, aber phenolphthaleinsäure Dicksäfte und Füllmassen. Der Saft nimmt, sobald die Phenolphthaleinalkalität verloren gegangen ist, die Fähigkeit an, Eisenoxyd oder -oxydul aus den Apparaththeilen zu lösen. In sämmtlichen graugefärbten Zuckern wurden wiederum abnorme Eisenmengen nachgewiesen, dieselben stammten aber nicht aus den Anfangsstationen, sondern waren erst bei Dicksaftconsistenz von dem phenolphthaleinsäuren Saft aufgenommen worden.

Graue Zucker nehmen einen zwar nicht tadellosen, aber doch unverfänglichen und nicht auffälligen Farbenton an, sobald dieselben phenolphthaleinalkalisch gemacht werden. Es ergibt sich daraus, dass man einen grauen Sud noch leidlich corrigiren kann, wenn man ihn für das Centrifugiren mit stark alkalischem Ablauf anmaischet, oder damit in der Centrifuge nachdeckt. Selbstverständlich muss man hier wiederum Phenolphthaleinalkalität nehmen, und dieselbe, wenn nöthig, künstlich durch Zugabe von Kalkmilch oder Natronlauge erhöhen. Herzfeld hat ganz graue, auch invertzuckerhaltige Zucker durch Nachdecken mit stark alkalischen Syrupen in schön goldgelbe Waare von verhältnissmässig recht befriedigendem Glanz verwandelt. Beim Lagern wurde das Aussehen des so behandelten Zuckers in den ersten Tagen sogar immer besser, in dem Maasse, als das Alkali des Zusatzsyrops seine Wirkung äusserte.

In einer Fabrik wurde die Beobachtung gemacht, dass der graue Ton des Zuckers nicht sofort auftrat, sondern sich erst ausbildete, nachdem der Zucker auf dem Boden aufgeschüttet war, und zwar wurde nur der Zucker im Innern des Haufens unansehnlich und dunkler, während die Schichten an der Oberfläche unverändert blieben. Auch diese Erscheinung verschwand mit Einhalten der Phenolphthaleinalkalität. Sie ist in erster

¹⁾ Vgl. Fischer's Jahresber. 1895, 823.

Linie darauf zurückzuführen, dass in der Fabrik der Zucker nicht genügend gekühlt werden konnte, sondern warm eingelagert werden musste. Dabei hat eine Zersetzung der vorhandenen sehr geringen Invertzuckermengen unter Bildung der gefärbten Producte stattgefunden.

Um das Verhalten des glucin- und apoglucinsäuren Eisenoxyd- und -oxydul bei der Saturation mit Kohlensäure oder schwef-

Zusatz zum Saft		Art der 2. Saturation		Eisen in 100 cc
—	—	CO ₂ auf	0,02 Phenolphthalein	nicht nachzuweisen
0,14 Invertz.	+ 0,1 Eisenoxyd	SO ₂ -	0,02 -	-
0,1 -	+ 0,1 -	CO ₂ -	0,02 -	0,0002
0,1 -	+ 0,1 -	SO ₂ -	0,02 -	0,00015
0,1 -	+ 0,1 -	CO ₂ -	0,02 -	0,0001
0,1 -	+ 0,1 -	SO ₂ -	0,02 -	0,0001
0,1 -	+ 0,1 -	SO ₂ -	0,005 Rosolsäure	0,0004
0,1 -	+ 0,1 -	SO ₂ -	0,005 -	0,0005

liger Säure zu untersuchen, wurde Diffusionsaft hergestellt, welcher 12,5° Brix und 10,1 Pol. zeigte. Mit diesem Saft wurden folgende Scheideversuche vorgenommen: I. Der Saft wurde mit 2 Proc. Kalk (gebranntem Marmor) trocken bei 85° geschieden. II. Derselbe Saft wurde mit derselben Kalkmenge und bei der nämlichen Temperatur geschieden, nachdem er kurz zuvor mit 0,1 Proc. Invertzucker und 0,1 Proc. Eisenoxydsalz (als -chlorid) versetzt worden war. III. wurde gleichfalls wie I behandelt, zuvor aber 0,1 Proc. Invertzucker und 0,1 Eisenoxydul (als -sulfat) zugesetzt.

Nach der ersten Saturation, welche bei allen 3 Versuchen mit Kohlensäure bei 70° gleichmässig bis auf 0,1 Phenolphthaleinalkalität geführt wurde, enthielten die Filtrate sämtlich noch Eisenoxyd beziehentlich -oxydul. Trotzdem die Kohlensäure wie üblich mit Luft auf 30 Proc. Gehalt verdünnt war, hatte der zugeführte Sauerstoff das gelöste Oxydul nicht merklich verändert.

Für die zweite Saturation wurde die Saftmenge vor jedem Versuch in zwei Theile getheilt. Nach Zusatz von 0,1 Proc. Kalk als Milch wurde die eine Hälfte der Flüssigkeiten mit Kohlensäure, die andere mit schwefliger Säure saturirt und in allen 6 Versuchen genau 0,02 Phenolphthaleinalkalität hergestellt. Für die Schwefligsäuresaturation wurde selbstverständlich die Temperatur auf 90° und darüber gehalten. Schliesslich wurde ein Theil der mit schwefliger Säure erhaltenen eisenoxyd- und -oxydulhaltigen Säfte noch weiter mit demselben Gas saturirt, bis die Flüssigkeiten die Phenolphthaleinalkalität verloren hatten. Die Säfte zeigten alsdann noch eine Rosolsäurealkalität von 0,05.

Nachstehende Zahlen wurden für den

Eisengehalt der schwefelsäuren Aschen der Säfte erhalten. Die Bestimmung des Eisens geschah colorimetrisch, indem die Asche stets mit der gleichen Menge verdünnter Salzsäure und etwas Salpetersäure aufgekocht und das Filtrat mit der gleichen Menge verdünnter Ferrocyaniumlösung versetzt wurde. Die erhaltenen Färbungen wurden mit einer auf die nämliche Weise gewonnenen Normalscala verglichen.

Bei Abwesenheit von Invertzucker war es also gelungen, den natürlichen Eisengehalt des Saftes so weit auszufällen, dass die colorimetrische Probe kein Eisen mehr anzeigte. Nach Zusatz von Invertzucker und Eisenoxyd wurde letzteres durch normale Kohlensäuresaturation fast vollständig, nämlich bis auf 0,0002 Proc., und noch besser durch normale Schwefligsäuresaturation ausgefällt, nämlich bis auf 0,00015 Proc. Das Oxydul wurde durch Normalbehandlung mit Kohlensäure fast gänzlich, aber ebenso gut auch mit Schwefligsäure gefällt. Wurde aber die Saturation mit Schwefligsäure weiter getrieben, so löste sich das Eisen aus dem Schlamm wieder auf. Bei nur kurzer Berührung hatte sich in dem phenolphthaleinsäuren Saft, welcher jedoch noch 0,005 Rosolsäurealkalität zeigte, der Eisengehalt wiederum bei Oxydzusatz auf 0,0004, bei Oxydulzusatz auf 0,0005 erhöht. Man ersieht daraus, dass die Schwefligsäuresaturation bei Gegenwart von Eisenoxyd oder -oxydul entweder im Saft oder Schlamm, oder auch den Apparaththeilen leichter zu grauen Zuckern führen kann als Kohlensäuresaturation, wenn nur Rosolsäurealkalitäten gehalten werden. Rosolsäurealkalische Säfte, sofern sie phenolphthaleinsauer sind, vermögen gefälltes Eisenoxyd oder -oxydul wieder aufzulösen.

Die Löslichkeit von Kalk in Zuckerrösung von 10 Vol.-Proc. a) beim directen Ablöschen, b) beim Zusatz des Kalkhydrat nach 5 Minuten Rühren ist:

Temperatur	Kalkalkalität Trockenscheidung	Kalkalkalität Nassscheidung
90°	0,20	0,15
80	0,26	0,20
70	0,40	0,25
60	0,52	0,26

Trotz der Zunahme des Kalkgehaltes der Flüssigkeit mit Erniedrigung der Tem-

peratur gelingt bekanntlich die Trockenscheidung im Betriebe gleichmässig nur gut, wenn man bei höherer Temperatur arbeitet. Die Gründe dafür sind noch nicht genügend klargelegt. Manche Kalksteine löschen sich auch unter 80° glatt zu einem feinen Pulver, mangelhafte Vertheilung des Kalkes bei niederer Temperatur kann also in diesen Fällen nicht nachtheilig gewirkt haben. Es müssen vielmehr die Nachtheile der niederen Temperatur theils in der mangelhaften Zersetzung der Amide, des Invertzuckers und der übrigen hier in Betracht kommenden Verbindungen gesucht werden, theils darin, dass die Operation längere Zeit in Anspruch nimmt, und dass die schädigende Wirkung des gelösten Kalkes, welche im Auflösen fällbarer Stoffe, wie Eiweiss und Pectin sich äussert, mehr eine Function der gelösten Kalkmenge und der Zeit als der Temperatur ist. Der Einfluss der Con-

Wie zu erwarten, blieben diese Werthe für niedere Temperaturen hinter den Lamy'schen weit zurück, weil die Zeitdauer des Rührens zu kurz gewesen war.

Um zu sehen, ob sich Kalksteine der Praxis in Bezug auf die bei der Trockenscheidung erzeugten Alkalitäten etwa wesentlich anders als der reine Marmor verhalten, wurden noch einige Parallelversuche mit 5 solchen Kalksteinen angestellt. Der benutzte Diffusionsaft hatte 11,5° Brix und 10,35 Pol. und wurde bei 85° zur Scheidung gebracht. Nach Eintritt derselben wurde noch 5 Minuten gerührt und dann die erste Probe filtrirt und titirt, die folgenden nach 10, 15, 20 und 30 Minuten von Beendigung der Scheidung gerechnet. Die Temperatur wurde dabei möglichst auf 85° gehalten. Die Alkalitäten trocken geschiedener Säfte bei Benutzung verschiedener Kalksteine waren:

No.	Bezeichnung des Kalksteins	Eintritt der Scheidung nach Minuten	Alkalität des Saftes nach				
			5 Min.	10 Min.	15 Min.	20 Min.	30 Min.
1	Marmor	1,51	0,36	0,33	0,36	0,33	0,36
2	Heilbronn	3,18	0,29	0,30	0,32	0,32	0,32
3	Rübeland	2,40	0,21	0,32	0,38	0,30	0,38
4	Gogulin	4,12	0,28	0,32	0,38	0,37	0,38
5	Elm	3,38	0,46	0,42	0,42	0,42	0,42
6	Borne	2,21	0,21	0,30	0,32	0,30	0,36

centration kommt für Dünnsäfte nicht wesentlich in Betracht, viel mehr die Temperatur. Lamy (Sucr. ind. 11, 236) fand nach zweistündigem Rühren 10proc. Zuckerlösungen mit 1 bis 2 Proc. Kalk für 100 g der Lösung folgende Zahlen:

für 100°	0,155 CaO
70	0,230
50	0,530
30	1,200
15	2,150

Diese Werthe werden jedoch in der Praxis bei der nassen Scheidung niemals erreicht, da die Zeitdauer der Berührung nur wenige Minuten, niemals 3 Stunden beträgt, es löst sich dabei, wie schon früher gezeigt wurde, nur etwa 0,2 Proc. Kalk im Saft auf. Nachstehende Tabelle, welche in der Weise gewonnen wurde, dass eine Lösung von 10 Proc. Zucker in 100 Raumtheilen mit 2 Proc. abgelöschten Kalk versetzt und allmählich unter Umrühren erkalten gelassen wurde, zeigt dies noch deutlicher:

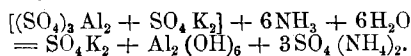
10proc. Zuckerlösung mit 2 Proc. Kalk verrührt.

Zeitdauer des Rührens Minuten insgesamt	Temperatur	Kalk- alkalität
5	100	0,15
10	90	0,18
15	80	0,22
30	70	0,27
50	60	0,40
65	50	0,50
85	40	0,65
90	30	0,76
120	15	0,98

Die Menge des in Lösung gehenden Kalkes ist also auch hier in allen Fällen viel höher, als bei Anwendung von Kalkhydrat bei der nämlichen Temperatur und löst sich von dem Kalk offenbar, je nachdem er sich mehr oder weniger feinpulvrig ablöscht, theils etwas mehr, theils weniger in der gleichen Zeit als vom gebrannten Marmor.

Daraus ergibt sich, dass man aus den directen Alkalitätsbestimmungen in den filtrirten trocken geschiedenen Säften vor der Saturation ersehen kann, ob der Saft genügend vorgewärmt gewesen ist; je höher die Alkalität ausfällt, desto ungenügender war das Anwärmen. Es empfiehlt sich, eine derartige Controle im Grossbetriebe entweder regelmässig oder doch zu Zeiten, wo der Verdacht unregelmässiger Arbeit in der Trockenscheidung besteht, vorzunehmen.

Beseitigung des schädlichen Einflusses des Ammoniaks in den Verdampfstationen der Zuckerfabriken. Nach F. Sixta und J. Hudec (D.R.P. No. 84838) wird zur Entfernung des Ammoniaks aus den Brüdendämpfen Alaunlösung verwendet, wobei sich neben Ammoniumsulfat auch Aluminiumhydrat und Kaliumsulfat bildet:



Der Apparat wird in die Brüdenleitung zwischen je zwei Verdampfkörper *R* (Fig. 119) eingeschaltet und besteht aus einem Apparat *A*, in welchem Teller *t* so angeordnet sind, dass die Brüdendämpfe einen schlangenförmigen, durch die Pfeile angedeuteten Weg durch das Gefäß *A* nehmen müssen. Diese Teller *t* dürfen die Brüdendämpfe nicht hemmen, sowie ihren Druck und ihre Temperatur nicht erniedrigen. Über dem

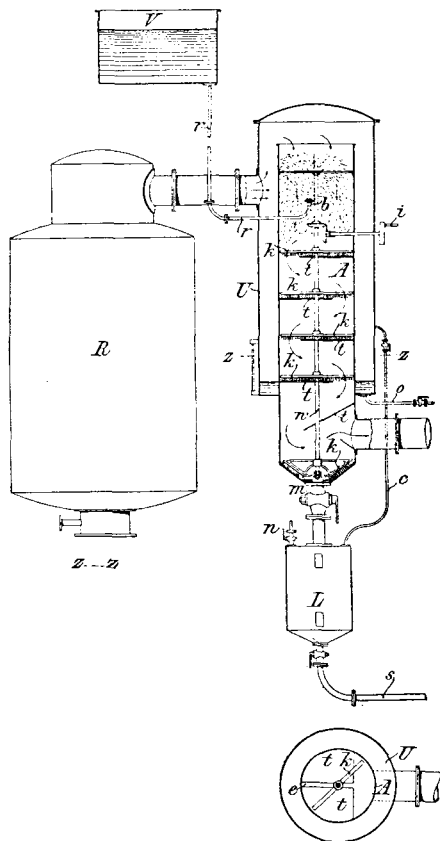


Fig. 119.

obersten Teller ist ein Zerstäuber *b* für die Alaunlösung angeordnet; die Teller selbst besitzen ausser dem Durchlass für die Brüdendämpfe einen Schlitz *e*. Über den Tellern befinden sich Bürsten *k*, welche auf der Welle *w* sitzen und durch die Kegelräder und eine Kurbel *i* gedreht werden können. In dem Boden des Gefäßes *A* kann ebenfalls eine Bürste angebracht werden, und es schliesst sich an diesen Boden ein mit Rohrleitungen *cs* und Hähnen *mn* versehenes Sammelgefäß *L* an. Das Gefäß *U*, welches über den eigentlichen Apparat gestülpt ist, fällt fort, falls sich in der Brüdenleitung über den Verdampfkörpern schon besondere Übersteiger befinden; man deckt alsdann das Gefäß *A* oben ab und leitet die Brüdendämpfe direct in dasselbe ein.

Die Brüdendämpfe strömen aus dem ersten Verdampfkörper *R* durch die Brüdenleitung in das Gefäß *U*, wobei die mitgerissenen Safttheilchen, an die Wandungen des Apparates *A* stossend, sich niederschlagen und am Boden des Gefäßes *U* ansammeln, um von da durch Rohr *o* in den weiteren Verdampfkörper abgezogen zu werden. Die Brüdendämpfe gelangen nun in den Apparat *A* und kommen dabei mit kalt gesättigter Alaunlösung in Berührung, welche aus dem Reservoir *V* durch das Rohr *r* zugeleitet und durch den Zerstäuber *b* fein vertheilt wird. Durch die Wirkung des Ammoniaks wird Alaun zersetzt und zwar bildet sich Ammoniumsulfat, Aluminiumhydrat und Kaliumsulfat, wobei die Sulfate in Lösung herabrieseln, während das Aluminiumhydrat sich auf dem obersten Teller *t* niederschlägt und infolge der weiteren Wirkung des Ammoniaks grobkörnig wird; die unteren Teller *t* dienen zu dem Zwecke, den etwa noch nicht zersetzten Alaun zu zersetzen.

Das Aluminiumhydrat darf nicht zu lange auf den Tellern liegen bleiben; es wird daher durch die Bürsten *k* von Zeit zu Zeit herabgeworfen und sammelt sich mit der Lösung der Sulfate am Boden des Apparates *A*. Durch einen Hahn *m* werden die Zersetzungsproducte aus dem Apparat *A* in das Sammelgefäß *L* abgelassen, und da in beiden Gefässen ungleicher Druck herrscht, so wird vor dem Einlassen der Zersetzungsproducte in das Gefäß *L* der Druck durch ein Rohr *c* ausgeglichen.

Das Gemisch der Producte im Sammelgefäß *L* wird durch das Rohr *s* in unterhalb angeordnete Klär- und Filtergefässe abgelassen, wobei Hahn *n* geöffnet werden muss. In den Klär- und Filtergefässen setzt sich das Aluminiumhydrat ab, während die klaren Lösungen von Kaliumsulfat und Ammoniumsulfat zum Abdampfen in andere Apparate abgeführt werden.

Verdampfapparat. Nach Gebr. Forstreuter (D.R.P. No. 86 271) dient der Cylinder *A* (Fig. 120 u. 121) für Dampfzuleitung, der Cylinder *B* für die Dampfableitung. In diesen Cylindern sind zwei Kolbenschieber *A*₁ bez. *B*₁ angebracht, deren Stangen *a* *b* durch Stopfbüchsen des Deckels treten und an einer Traverse *c* befestigt sind. An die Traverse greift eine mit Gewinde versehene Stange *d* an, die von einem Blechmantel *i* umgeben ist. Das Muttergewinde für die Stange befindet sich in einem auf dem Dom des Apparates in einem Bock gelagerten Kegelrade *e*, in welches ein zweites Rad *f* eingreift, welches auf einer mittels

Kettenrades und endloser Kette h drehbaren Welle g sitzt, so dass mittels der Kette die beiden Kolbenschieber A_1 und B_1 sich heben oder senken lassen. Das eingebaute Heizsystem besteht aus 19 Lagen von je 9 Paaren kreisförmig gebogener, in Kammern A_2, B_2 mündender Rohre C . Durch den Stutzen A_3 tritt der Dampf in den Cylinder A , und von hier aus geht der Dampf je nach Stellung

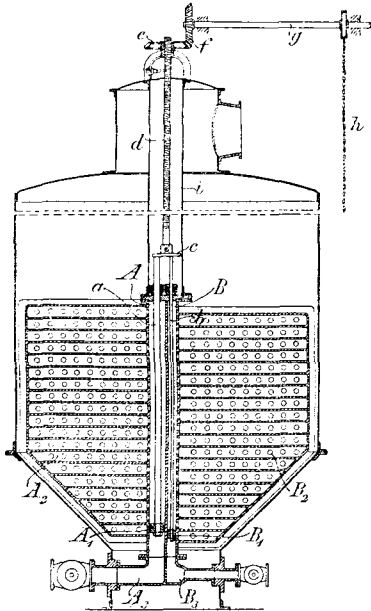


Fig. 120.

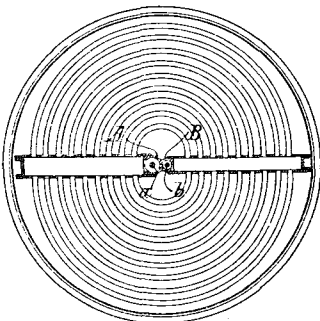


Fig. 121.

des Schiebers A_1 in 1, 2, 3 oder mehr Rohrlagen hinein, um auf die dieselben umgebende Flüssigkeit einzuwirken. Der verbrauchte Dampf oder das Dampfwater wird aus den Rohren C durch die Kammern B_2 , den Cylinder B und dessen Stutzen B_3 abgeleitet.

Ist die einzudampfende Flüssigkeitsmenge gering, so dass ihr Spiegel vielleicht nur einem Sechstel der Höhe des Apparates gleichkommt, so ist man in Stande, nur den hierzu nöthigen Dampf zuzuführen, was also eine grosse Dampfersparniss bedeutet. Steigt der Flüssigkeitsspiegel, so hebt man die

Schieber so weit an, dass der Dampf bis in ein mit dem Stande des Flüssigkeitsspiegels gleichstehendes Rohrpaar eintreten kann. Umgekehrt, sinkt der Flüssigkeitsspiegel, so sperrt man durch Tieferstellung des Kolbens den überflüssigen Dampf ab.

Holzwohle in Rübenzuckerfabriken. Nach A. Herzfeld (Z. Zucker. 1896, gef. einges. Sonderabdr.) wird meist Kiefern- oder Fichtenholz, seltener Buchenholz verwandt. Wo man „unpräparirtes“ Holz anwenden will, wovon jedoch abzurathen ist, verdient das Kiefern- oder Fichtenholz den Vorzug, da es sich weniger in dem alkalischen Zuckersaft löst, also die ersten Säfte weniger verschlechtert als Buchenholz, welches auch leichter die Structur verliert. Ungünstiger noch verhalten sich Eichen- und Haselnussholz. Der Gerbsäuregehalt, welcher besonders das letztere zu einem geschätzten Klärmittel in der Brauerei macht, wird bei unpräparirter Anwendung in der Zuckerfabrikation jedenfalls mehr schaden als nützen. Die mit Natronlauge behandelten Wollen aus Eichen- und Buchenholz bewahrten gleichfalls überdies die Structur nicht so gut als die aus Kiefernholz und Fichtenholz.

Mit 10 Proc. Zuckerlösung von 0,1 Alkalität, welche durch Zusatz von Kalilauge hergestellt war, verlor Kiefernholz und Fichtenholz zumeist nur 6,5 bis 7 Proc. an Trockensubstanzgewicht, Buchenholz 9 bis 10, Eichenholz 11, Haselnussholz 18,8 Proc. Doch werden die physikalischen Eigenschaften der Holzwohle, sowie die Menge der löslichen Stoffe nicht nur von der Baumart, sondern auch davon abhängen, ob altes oder junges, harzreiches oder harzarmes Holz, sowie feinere oder gröbere Holzwohle vorliegt. Die gelösten Stoffe sind zum Theil mit Salzsäure wieder fällbar, ebenso entstand mit Kalk in dem schwach alkalischen Extract ein mehr oder minder starker flockiger Niederschlag.

Da den extrahirten Substanzen die Fähigkeit zukommt, Alkali zu neutralisiren, so hat ein frisches Holzwohlen-Filter, welches mit nicht präparirter Holzwohle gefüllt ist, mehrere Übelstände. Es wird dadurch nämlich eine gewisse Menge des Saftes, welcher zunächst darüber läuft, eines Theils ihrer Alkalität, bei heisser und langsamer Filtration sogar der gesammten beraubt werden. Zweitens wird der Saft dadurch dermaßen mit Harz, pectinartigen und anderen incrustirenden Stoffen geschwängert werden, dass beim Verdampfen Störungen entstehen müssen. Drittens zeigte sich, dass die über Holzwohle filtrirten neutralen Säfte ausserordentlich rasch und intensiv schimmeln. Wenn man

sich hierbei noch der Verwendung der Holzspähne in der Essigfabrikation erinnert, so wird man die Gefahr, welche die Holzwoollenfilter bei Stillstand oder nicht genügend heisser Arbeit als Gährungsherde bieten, nicht unterschätzen dürfen.

Es empfiehlt sich deshalb, in allen Fällen die Holzwolle zu präpariren. Dafür genügt wiederholtes Erhitzen mit heisser höchst verdünnter Natronlauge von nicht mehr als 0,1 bis 0,2 Kalkalkalität, bis neue Lauge sich nicht mehr dunkler färbt, und nachheriges Auskochen mit heissem Wasser. Man kann die Entfernung der incrustirenden Stoffe selbstverständlich aber auch auf andere Weise, z. B. durch auf einander folgende Behandlung mit Kalkmilch und Salzsäure vornehmen.

Zur Herstellung von Cyanverbindungen aus Schlempe werden nach H. Reichardt und J. Bueb (D.R.P. No. 86 913) die bei der trockenen Destillation von Schlempe entstehenden Gase ohne vorherige Abkühlung durch ein auf Roth- bis Weissglut erhitztes Scharmottekanalsystem geleitet. Nach dieser Erhitzung haben die Gase eine Umwandlung dahin erfahren, dass sich nunmehr der Stickstoff ausschliesslich in Form von Cyanammonium neben wenig dissociirtem freien Stickstoff in dem Destillationsproduct vorfindet. Die zur Umwandlung der vielen in den Destillationsproducten der Schlempe vorhandenen, theilweise noch nicht bekannten Stickstoffverbindungen in Cyanammon erforderliche Temperatur ist so hoch, dass Eisenröhren oder Retorten keine Verwendung finden können, da dieselben in kürzester Zeit zerstört werden würden. Die Bildung des Cyans tritt nicht in den Destillationsretorten selbst ein, sondern erst in den Kanälen, indem die Gase nach dem Verlassen der Destillationsretorten vor Einleiten in die Kanäle überhaupt kein oder nur Spuren von Cyan enthalten. Das gebildete Cyanammon kann in bekannter Weise in Form von Eisensalzen gewonnen und für die Herstellung von Blutlaugensalz bez. Cyankalium verwendet werden. Die in den Destillationsproducten in grosser Menge enthaltene Kohlensäure und nichtleuchtende Kohlenwasserstoffe sind nunmehr von Stickstoffverbindungen befreit und können in geeigneter Weise zur Verwerthung kommen.

Fettindustrie, Leder u. dgl.

Talgschmelzapparat. Otte's Eisenwerk (D.R.P. No. 86 564) empfiehlt einen aufrechtstehenden, mit durch Wasser heiz-

barem Mantel versehenen, am oberen Theile durch Klappen verschliessbaren Cylinder *a* (Fig. 122), auf dessen innerer Mantelfläche eine durchbrochene Schraubenfläche *b* befestigt ist. Ein zweiter, gleichfalls mit durch Wasser heizbarem Mantel versehener und durch Klappen verschliessbarer Cylinder *c* trägt auf der äusseren und inneren Mantelfläche durchbrochene Schraubenflügel *d* und *f*; um eine durch die Mitte der Cylinder geführte hohle Säule *g* läuft gleichfalls eine durchbrochene Schraubenfläche *h*. Der äussere Cylinder sowie die Säule stehen fest, während der innere Cylinder mittels einer durch die hohle Säule geführten Welle *i* in

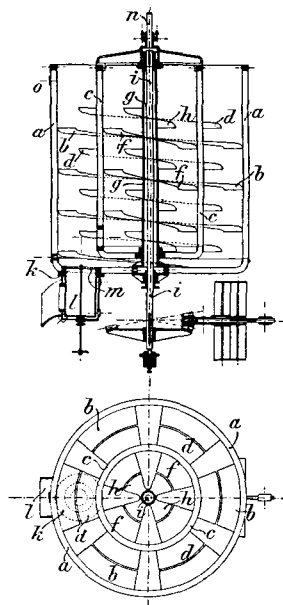


Fig. 122.

Umdrehung versetzt werden kann, wobei die einzelnen Schraubenflächen durch einander hinstreichen und ein stetiges Bewegen der ganzen Masse bewirken. Am Boden besitzt der Cylinder *a* eine Öffnung *k*, unter welcher sich der Talgsammler *l* befindet. Letzterer ist gegen den Cylinder durch ein Sieb *m* geschlossen, welches auf einer durch Handrad verstellbaren Spindel angeordnet ist, um behufs Entfernung der Grieben aus dem Cylinder gesenkt werden zu können.

Der zerschnittene Talg wird dem oberen Theile des Apparates zugeführt. Darauf lässt man durch das Rohr *n* heisses Wasser in den Kopf der Säule strömen, von wo es durch Rohrstutzen nach dem Mantel des inneren Cylinders fliesst und diesen, sowie die auf ihm befestigten Schraubenflächen erwärmt, um aus dem unteren Theil durch die Säule in den Mantel des äusseren Cylinders zu treten, diesen mit seinen Schrau-

benflächen zu erwärmen und abgekühlt den Mantel bei o zu verlassen. Gleichzeitig wird der innere Cylinder in langsame Umdrehung versetzt und hierdurch eine vollständig gleichmässige Erwärmung erzielt, da kein Theil des Inhaltes stehen bleiben kann, vielmehr durch die steigenden Flügel gehoben und stets mit einer der gewärmten Flächen in Berührung gebracht wird. Ist die Schmelztemperatur erreicht, so sinkt der geschmolzene Talg abwärts und gelangt durch das Sieb in den Talgsammler, von wo er durch geeignete Vorrichtungen abgelassen werden kann. Nach Beendigung des Schmelzprocesses schraubt man das Sieb herunter, worauf der unterste Schraubenflügel die Grieben nach der Öffnung k schiebt, so dass sie aus dem geöffneten Talgsammler herausfallen oder leicht herausgenommen werden können.

Wasserglasanstrichmasse. Nach J. Schweig (D.R.P. No. 86 941) werden in 100 Th. heissem Wasser 4 Th. Borax und ebenso viel Potasche aufgelöst. Nach vollständiger Auflösung wird die Mischung mit 100 Th. Natronwasserglas innig vermengt.

Anstrich für Metallgegenstände, besonders für Conservenbüchsen. Nach C. F. Hohenberg (D.R.P. No. 86 942) wird Permanentweiss ($BaSO_4$) mit Eiweiss zu einem Brei bei gewöhnlicher Temperatur eingeührt. Mit diesem Brei werden die Innenwandungen der zu behandelnden Gefässe, nachdem dieselben mit Soda o. dergl. gereinigt worden sind, angestrichen. Alsdann lässt man den Anstrich in der Wärme trocknen, bis er ganz hart geworden ist, worauf man eine zweite Schicht des Breies aufträgt und nochmals trocknet. Hierauf lässt man auf den Anstrich Wasserdampf oder auch kochendes Wasser einwirken, wodurch das Eiweiss zum Gerinnen gebracht wird. Den getrockneten Anstrich tränkt man alsdann noch mit Eiweiss, lässt wieder trocknen und behandelt schliesslich nochmals mit Dampf oder mit heissem Wasser. Zuletzt kann man dem Anstrich noch einen Überzug von Collodium geben, doch ist dies nicht unbedingt nothwendig.

Zur Herstellung einer plastischen Masse erwärmt man nach O. Schönfeld (D.R.P. No. 85 886) Milch auf etwa 60° , setzt eine beträchtliche Menge Borax zu, erhitzt weiter auf etwa 90° unter Zusatz von Chlorbaryum oder einem anderen die Ausscheidung des Caseins bewirkenden Mineralsalz, wäscht und presst den gebildeten Nieder-

schlag aus und zermahlt ihn unter Zusatz von Essigsäure oder von Soda oder einem anderen Lösungsmittel für Casein. Aus der so erhaltenen Masse kann man in durch Dampf erhitzten Formen Platten pressen, welche solchen aus Knochen oder aus Celluloid ähnlich sind.

Herstellung von Klebstoffen aus Hornsubstanzen. Nach A. Mitscherlich (D.R.P. No. 86 651) war die vortheilhafte Verwerthung des in Pat. 82 498 (Z. 1895, 615) beeinträchtigt. Die Patentschrift lautet:

Bei der Lösung des Hornes in Wasser bilden sich Trübungen, welche sich in stärker concentrirter Lösung bei ihrer Dickflüssigkeit und bei der Feinheit des suspendirten Körpers nicht absetzen und auf einfache Weise überhaupt nicht beseitigen liessen. Hierdurch wurden diese Flüssigkeiten für Verwerthung weniger brauchbar, sodass das Verfahren des Hauptpatentes 82 498, um nutzbringend zu sein, verbessert und vereinfacht werden musste.

Es wurde nun beobachtet, dass die angegebene Trübung dadurch entstand, dass das Horn, bevor die Lösung eintrat, sehr weich wurde und sich durch die geringsten Bewegungen in seiner Gesamtheit in der Flüssigkeit vertheilte, und daher der im Hauptpatent erwähnte Schlamm entstand, dass aber, wenn es gelang, eine Lösung fast ohne Bewegung der Flüssigkeit vorzunehmen, nur das im Wasser Lösliche entfernt wurde, während das Unlösliche sich in einem anfangs sehr weichen, allmählich härter werdenden und zuletzt ziemlich festen Rückstand abschied, der zwar in der ursprünglichen Form, aber bis auf ein kleines Volumen zusammengeschrumpft, zurückblieb. Zur Sicherheit gegen die Entstehung jedweder Trübung in der entstehenden Lösung wird noch eine Filtrirvorrichtung im Lösungsapparat selbst angebracht.

Ferner wurde beobachtet, dass es nicht nöthig ist, erst die Hornlösungen mit Ablauge der Sulfittstofffabrikation in saurer Lösung zu fällen, diese Fällungen in Soda zu lösen und dann diese Lösungen, um sie als Klebstoffe zu benutzen, wieder zu fällen. Diese Operationen hatten den Zweck, den Klebstoff von den übrigen Bestandtheilen der Ablauge und der Hornlösung zu trennen, um hierdurch ein reines Product darzustellen, wie das der directen Fällung ist.

Nun wurde aber beobachtet, dass diese Reinigung nicht nothwendig ist, wenn die Fällung des Hornes in mehr als zehnfacher Verdünnung der Ablauge stattfindet. Es verschwinden dann die Beimengungen fast vollständig.

Ferner wurde erkannt, dass bei den Fällungen der Hornlösungen durch unverdünnte Sulfitalauge und saure Flüssigkeiten, wie sie im Hauptpatente angegeben sind, eine vollständige Verbindung beider Körper sehr schwer und erst nach sehr langer Zeit erzielt wird, weil die hierbei zuerst entstehende Fällung grössere Massen von Horn einschliesst und die letzteren so vor der weiteren Wirkung der Ablauge u. s. w. schützt. Es bleiben infolge dessen bei diesen Fällungen

meist grössere Mengen von gelöstem Horn unverbunden und gehen hierdurch für das Klebmittel verloren.

Es zeigte sich aber weiter, dass bei der oben angegebenen Verdünnung der Ablauge dieser grosse Übelstand nicht mehr eintrat und hierdurch vollständige Verbindung des Gerbstoffs mit dem Horn erzielt wurde, und ferner, dass es möglich ist, eine Mischung der Hornlösung mit der Ablauge ohne Fällung zu erzielen, wenn man die Ablauge entsäuert, um durch die Fällung des Gemenges eine vollständige Verbindung zu erhalten.

Auf diesen Beobachtungen beruht nun die nachfolgende Verbesserung des Verfahrens, wobei der Rückstand von ungelöst gebliebenem Horn durch eine andere Behandlung wie im Hauptpatent in Lösung gebracht wird.

Um die Entfernung einer Trübung, welche durch nachlässige Kochung oder auch durch Schmutz entstanden sein könnte, stets sicher zu bewirken, ohne hierbei eine besondere Operation anzuwenden, und ohne die Geschwindigkeit des Abflusses der Lösung aus den im Hauptpatent angegebenen Kochern im Wesentlichen zu beeinträchtigen, ist in den letzteren eine Filtrirvorrichtung von besonderer Construction angebracht, welche ihren Zweck voll erfüllt und zugleich einem starken Atmosphärendruck Widerstand leistet.

Auf dem Boden eines Kochers, welcher mit einem Einflussrohr, sowie Wasserstandsrohr im obersten Theil und einem Ablassventil an der untersten Stelle versehen ist, ruhen dicke, oben ebene, etwa 300 mm breite Platten, 10 mm von einander entfernt, welche aus einem durch die Kochflüssigkeit nicht zerstörbaren Material, z. B. Sandstein, bestehen. Die Platten haben unten Aussparungen, sodass die Flüssigkeit überall zwischen Platten und Boden communiciren kann. Sie sind ausserdem den seitlichen Wandungen des Kochers angepasst. In diese Platten sind in ihrer Querrichtung, etwa 20 mm von einander entfernt, etwa 15 mm tiefe und ungefähr 10 mm breite parallele Einschnitte (Rinnen) gemacht.

In diese Einschnitte werden 30 mm hohe, also 15 mm überstehende Holzleisten aus widerstandsfähigem, trockenem Holz (Ulmenholz) eingeschlagen, sodass sie beim Nasswerden, also Quellen, festliegen. Senkrecht über diesen Holzleisten sind durch dünne Messingstifte, etwa 10 mm von einander entfernt, ungefähr 12 mm hohe und 8 mm breite Leisten aufgenagelt.

Zwischen und auf diesen Leisten liegt nun das ausnehmend feste Filtrirtuch mit Unterlagen und Überlagen von je einer bez. auch zwei locker aufgehefteten, netzartigen Zeuglagen, welche verhindern sollen, dass durch Berührung des Filtrirtuches selbst mit für Flüssigkeiten undurchdringlichen Stoffen ein Theil der Filteroberfläche in seiner Wirkung verloren geht. Diese Zeuglagen werden, damit die Oberfläche möglichst gross wird und die Filtration schnell geht, in möglichst viele Falten in die Vertiefungen zwischen je zwei Leisten und zuletzt zwischen Boden und Wandungen des Kochers gepresst.

Durch einige darübergelagerte und versteifte Latten wird die Filtrirvorrichtung befestigt. Es bildet diese Einrichtung nun ein Sieb mit einer

verhältnissmässig sehr grossen Filtrirfläche, ohne viel Platz fortzunehmen.

Das in den Kocher geschüttete Horn wird durch ein Rohr, welches etwa 200 mm über dem Filterboden endigt, anfangs bei 100° unter Ablassen des Condenswassers und dann nach vollständigem Verschluss des Kochers längere Zeit bei über 120°, sehr zweckmässig zwei Stunden lang bei zwei Atmosphären Überdruck, gedämpft. Das Hineintreten des Dampfes in den Kocher an einer höheren Stelle geschieht, um, wenn auf dem Siebe Flüssigkeit vorhanden ist, Wallungen in der Nähe des Siebes zu vermeiden.

Das Horn wird durch das Dämpfen für die gute und schnelle Lösung vorbereitet, ohne dass unlösliche Theilchen von den Stücken losgelöst werden. Hierauf lässt man in den Kocher heisses Wasser mit drei bis vier Atmosphären Spannung hineinfließen, bis dasselbe im Wasserstandsrohr zu sehen ist. Das Ablassventil wird hierauf ein wenig geöffnet. Durch den starken, im Kessel herrschenden Druck geht die Filtration der entstandenen Hornlösung verhältnissmässig schnell vor sich, sodass dieselbe anfangs verdünnt, nachher concentrirt klar und schnell abfließen kann.

Man lässt anfangs langsam fließen und untersucht die Lösung ab und zu auf ihr spezifisches Gewicht. Hat sie mehr wie 1° B., so lässt man sie stark fließen. Der Zufluss des Wassers, welcher von oben stattfindet, wird so regulirt, dass dasselbe im Wasserstandsrohr immer zu beobachten ist. Der Druck im Kocher soll in der Regel 3 bis 3½ Atm. betragen und 4 Atm. nicht übersteigen. Mit dem Zulassen von heissem Wasser hört man auf, sobald die abfließende Hornlösung wieder unter 1° B. gesunken ist. Dann wird, wenn nöthig, durch Dampf von oben die Flüssigkeit aus dem Kocher herausgedrückt.

Durch das Dämpfen wird das Horn in eine vollständig weiche, theilweise schnell in Wasser sich lösende Masse verwandelt. Dadurch aber, dass der Dampf nicht von unten, sondern oben Zutritt, bleiben alle Hornstücke stets in voller Ruhe liegen. Das einfließende Wasser geht zwischen den weichen Hornmassen hindurch und löst, ohne dass wahrnehmbare Bewegungen entstehen, alles Lösbare allmählich von oben nach unten gehend unter anfangs zunehmender, nachher abnehmender Concentration auf.

Sobald die Flüssigkeit aus dem Kocher entfernt ist, wird derselbe geöffnet und der in Wasser unlösliche Theil des Hornes herausgenommen. Letzterer wird nun nicht, wie im Hauptpatent angegeben, mit Natronlauge, sondern mit Soda und überschüssigem, gelöschtem Kalk versetzt, stehen gelassen. Nach einiger Zeit löst der Hornrückstand sich schon in der Kälte, schneller in der Wärme, fast vollständig. Hierbei verbindet sich das Natron mit der Hornsubstanz und der Kalk mit der Kohlensäure der Soda und dem Schwefel des Hornes. In derselben Weise lösen sich auch direct die im Hauptpatent genannten Keratinsubstanzen.

Die Verwendung der Hornlösungen zu den Klebstoffen geschieht, statt der im Hauptpatent angegebenen, complicirteren und noch etwas unvollkommenen Art, einfacher und besser wie folgt:

Nachdem die Sulfitablaugen oder der Gerbstoff derselben von den freien Säuren zweckmässig durch geringen Kalkzusatz befreit sind, werden sie mit der Hornlösung vermengt. Hierzu sind bestimmte Mengenverhältnisse vorthellhaft, und zwar auf 1 l Hornlösung von 1,03 spec. G. 1 l Ablauge von 1,06 spec. G. Genau lassen sich diese Zahlen nicht angeben, da die Zusammensetzung der Ablauge verschieden ist.

Abweichend von der gewöhnlichen Sulfitablauge, welche für sich schon eine starke Fällung mit Hornlösung gibt, fällt die entsäuerte Sulfitablauge und der entsäuerte Gerbstoff derselben die Hornlösung nicht. Es muss deshalb die als Klebmittel dienende Verbindung aus den gemischten Lösungen durch Zusatz von Säuren oder sauren Salzen herausgefällt werden. Geschieht die Fällung in sehr starken Verdünnungen, so ist sie auch fast ganz rein.

Auch wenn man zur Hornlösung rohe oder durch Osmose gereinigte Sulfitablauge in mehr als zehnfacher Verdünnung und dann Säure oder saure Salze zusetzt, bekommt man als Niederschlag eine fast ganz reine Verbindung des gesamten gelösten Hornes mit dem Gerbstoff der Sulfitablaugen, während die übrigen Bestandtheile der Ablauge u. s. w. in Lösung bleiben.

Die Menge des Zusatzes der Säuren bez. der sauren Salze ist hierbei abhängig von der Menge schwefliger Säure, die in der Sulfitablauge vorhanden ist. Je mehr schweflige Säure darin ist, desto weniger Säure wird zugesetzt. Kleine Überschüsse von Ablauge und Säure sind nicht nachtheilig; überschüssige Hornlösung löst jedoch die Fällung und bringt hierdurch grössere Verluste.

lich geworden sind, während der Geltungsdauer des Dienstverhältnisses unbefugt an Andere zu Zwecken des Wettbewerbes oder in der Absicht, dem Inhaber des Geschäftsbetriebes Schaden zuzufügen, mittheilt.

Gleiche Strafe trifft denjenigen, welcher Geschäfts- oder Betriebsgeheimnisse, deren Kenntniss er durch eine gegen das Gesetz oder die guten Sitten verstossende eigene Handlung erlangt hat, zu Zwecken des Wettbewerbes unbefugt verwerthet oder an Andere mittheilt.

Zu widerhandlungen verpflichten ausserdem zum Ersatze des entstandenen Schadens. Mehrere Verpflichtete haften als Gesamtschuldner.

§ 10. Wer zum Zwecke des Wettbewerbes es unternimmt, einen Andern zu einer unbefugten Mittheilung der im § 9 Absatz 1 bezeichneten Art zu bestimmen, wird mit Geldstrafe bis zu zweitausend Mark oder mit Gefängniss bis zu neun Monaten bestraft.

§ 11. Die in den §§ 1, 6, 8, 9 bezeichneten Ansprüche auf Unterlassung oder Schadensersatz verjähren in sechs Monaten von dem Zeitpunkt an, in welchem der Anspruchsberechtigte von der Handlung und von der Person des Verpflichteten Kenntniss erlangt, ohne Rücksicht auf diese Kenntniss in drei Jahren von der Begehung der Handlung an. Für die Ansprüche auf Schadensersatz beginnt der Lauf der Verjährung nicht vor dem Zeitpunkt, in welchem ein Schaden entstanden ist.

Wo wird am meisten getrunken?
E. Struve (W. Brauer. 1896, 309) gibt folgende Zusammenstellung des Alkoholverbrauchs pro Kopf der Bevölkerung:

L ä n d e r	Wein Liter	Bier Liter	Branntwein Liter	Alkoholconsum (100 Proc.)			Gesamt- Alkohol- consum Liter
				im Wein Liter	im Bier Liter	im Branntwein Liter	
Belgien	3,7	169,2	14,1	0,22	6,76	4,7	11,68
Frankreich	103,0 ¹⁾	22,4	12,42	6,18	0,90	4,04	11,12
Dänemark	1,0	33,3	26,7	0,07	1,33	8,9	10,30
Deutschland	5,7	106,8	13,2	0,34	4,27	4,4	9,01
Grossbritannien	1,7	145,0	8,4	0,13	5,80	2,8	8,73
die Schweiz	55,0	37,5	9,3	3,30	1,50	3,1	7,90
Österreich-Ungarn	22,1	35,0	12,45	1,54	1,40	4,15	7,09
Holland	2,6	29,0	14,1	0,18	1,16	4,7	6,14
Russland	3,3	4,7	14,1	0,26	0,19	4,7	5,15
Norwegen	1,0	15,3	12,0	0,07	0,61	4,0	4,68
Vereinigte Staaten	1,8	47,0	7,74	0,14	1,88	2,58	4,60
Schweden	0,4	11,0	4,8	0,03	0,44	1,6	2,07

Verschiedenes.

Gesetz gegen den unlauteren Wettbewerb. (Nach den Beschlüssen des Reichstages in dritter Berathung.)

Die für Chemiker wichtigen Bestimmungen lauten nunmehr (vgl. S. 60 d. Z.):

§ 9. Mit Geldstrafe bis zu dreitausend Mark oder mit Gefängniss bis zu einem Jahre wird bestraft, wer als Angestellter, Arbeiter oder Lehrling eines Geschäftsbetriebes Geschäfts- oder Betriebsgeheimnisse, die ihm vermöge des Dienstverhältnisses anvertraut oder sonst zugäng-

Der Absynthconsum, dessen verheerende Wirkungen für die Volksgesundheit allgemein bekannt sind, ist in Frankreich in erheblich stärkerem Steigen als der Bierconsum begriffen und zugleich schneller angewachsen, als der Weinconsum in Folge mangelhafter Ernten zeitweilig zurückgegangen ist. Nach amtlichen Mittheilungen wurden in Frankreich i. J. 1880 18 000 hl Absynth getrunken, 1885 bereits 50 000 hl, 1888: 72 000 hl, 1891: 91 000 hl, 1893: 108 000 hl und für 1895 hat man amtlicherseits den Consum auf mindestens

¹⁾ Darunter 7 Liter Obstwein (Cider).

120 000 hl angenommen. Bemerkenswerth ist dabei, dass, wie amtlich gesagt wird, diese Zunahme des Absynthgenusses sich von Paris und Nordfrankreich ausgehend mehr und mehr auf die Weinbaudistricte Südfrankreichs erstreckt. Natürlich bestehen trotzdem im Einzelnen wesentliche Verschiedenheiten; besonders in Nordfrankreich beginnt das Bier immer allgemeiner das Volksgetränk zu werden und sich als einen wirklich hilfreichen Gegner gegen den Missbrauch des Absynths zu erweisen. So hat beispielsweise die Stadt Lille im Departement du Nord bei 150 000 Einwohnern einen Bierconsum von 566 403 hl, das ist fast so viel wie in München und erheblich mehr als durchschnittlich in Bayern.

Zuckersteuergesetz. Die wichtigsten Bestimmungen des neuen Zuckersteuergesetzes sind folgende:

§ 65. Von dem in einer Zuckerfabrik zur steuerlichen Abfertigung (§§ 36 ff.) gelangenden Zucker wird ein Zuschlag zur Zuckersteuer (Betriebssteuer) erhoben, welcher für die innerhalb eines Betriebsjahres abgefertigten Mengen bis zu 4 000 000 k einschliesslich . . . 0,10 M. von über 4 000 000 bis zu 5 000 000 k 0,125 - von über 5 000 000 bis zu 6 000 000 k 0,15 - und so fort, von 1 000 000 zu 1 000 000 k um je 0,025 M. steigend, für je 100 k Rohzucker beträgt.

Ferner wird nach Maassgabe der nachfolgenden Vorschriften für die einzelnen Zuckerfabriken alljährlich eine Zuckermenge (Contingent) festgesetzt, bei deren Überschreitung sich der Steuerzuschlag für die das Contingent übersteigende Zuckermenge um einen dem Ausfuhrzuschusse für Rohzucker (§ 77 Ziffer a) gleichkommenden Betrag erhöht. Fabriken, welchen, abgesehen von dem Falle des § 67, ein Contingent nicht zugetheilt ist, haben den erhöhten Zuschlag von ihrer gesamten Zuckererzeugung zu entrichten.

§ 66. Der Zuschlag zur Zuckersteuer wird nach den aus der Fabrik ausgehenden Rohzuckermengen bemessen. Verlässt der Zucker die Fabrik nicht in der Form von Rohzucker, so ist das Erzeugniss zum Zwecke der Steuerfestsetzung auf seinen Rohzuckerwerth umzurechnen. Nach welchem Verhältniss letzteres zu geschehen hat, bestimmt der Bundesrath.

§ 77. Im Falle der Ausfuhr des Zuckers oder der Niederlegung desselben in einer öffentlichen Niederlage oder einer Privatniederlage unter amtlichem Mitverschluss in einer Menge von mindestens 500 k wird ein Ausfuhrzuschuss gewährt, welcher

a) für Rohzucker von mindestens 90 Proc. Zuckergehalt und raffinierten Zucker von unter 98, aber mindestens 90 Proc. Zuckergehalt 2,50 M.

b) für Kandis und Zucker in weissen, vollen, harten Broden, Blöcken, Platten, Stangen oder Würfeln oder in weissen, harten, durchscheinenden Krystallen von mindestens 99,5 Proc. Zuckergehalt, alle diese Zucker auch nach Zerkleinerung unter steueramtlicher Aufsicht 3,55 M.

c) für alle übrigen Zucker von mindestens 98 Proc. Zuckergehalt 3,00 M. für 100 k beträgt.

Nach näherer Bestimmung des Bundesraths können die Ausfuhrzuschüsse auch für zuckerhaltige Waaren im Falle des § 6 Ziffer 1 gewährt werden.

§ 78. Die Zahlung der Zuschüsse erfolgt nach Ablauf von sechs Monaten nach dem Tage der Ausfuhr oder Niederlegung.

Wird Zucker aus der Niederlage in den freien Verkehr oder in eine Zuckerfabrik entnommen, so ist der darauf gewährte Zuschuss zurückzuzahlen. Der niedergelegte Zucker haftet der Steuerbehörde ohne Rücksicht auf die Rechte Dritter für den Betrag des gewährten Zuschusses.

Patentanmeldungen.

Klasse: (R. A. 30. April 1896.)

12. C. 5605. Darstellung von Jodderivaten des **Phenolphthaleins**; 2. Zus. z. Pat. 85 930. — A. Classen, Aachen. 13. 5. 95.
- T. 4710. **Elektrischer Ofen** zur Darstellung von Calciumcarbid. — A. Tenner, Schöneberg b. Berlin. 6. 11. 95.
22. F. 8130. Darstellung basischer **Azofarbstoffe** aus Derivaten des Amidophenoläthyläthers, welche neben der an den aromatischen Kern gebundenen Amidogruppe eine Amido- bez. Alkylamidogruppe in der Äthylgruppe enthalten. — Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co., Elberfeld. 1. 3. 95.
- F. 8745. Darstellung basischer safraninartiger **Farbstoffe** mittels Diamidodialphylmethanen. — Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning, Höchst a. M. 16. 12. 95.
- K. 13 088. Darstellung von **Disazofarbstoffen** mittels Amidobenzylsulfosäure. — Kalle & Co., Biebrich a. Rh. 20. 7. 95.
- O. 2331. Darstellung grüner bis blauer **Triphenylmethanfarbstoffe** mittels Piperonal. — A. Oesinger & Cie., Strassburg i. E. 11. 7. 95.
40. M. 11 930. Abscheidung von Metallen, insbesondere von **Zink**, aus ihren Lösungen in Alkalien. — L. Mond, London. 27. 6. 95.

(R. A. 4. Mai 1896.)

12. D. 7415. Darstellung der α_1 -**Naphtol- α_2 -sulfosäure** aus α_1 -Naphtoläther- α_2 -sulfosäure. — Dahl & Co., Barmen. 13. 3. 96.
- F. 8709. Darstellung von **Oxyphenacetinsalicylat**. — Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning, Höchst a. M. 28. 11. 95.
22. B. 17 788. Darstellung von **Polyazofarbstoffen** der Benzidinreihe aus Azofarbstoffen durch Oxydation; Zus. z. Pat. 84 893. — Badische Anilin- und Soda-Fabrik, Ludwigshafen a. Rh. 22. 6. 95.
- B. 17 789. Darstellung von **Polyazofarbstoffen** der Benzidinreihe aus Azofarbstoffen durch Oxydation; Zus. z. Pat. 84 893. — Badische Anilin- und Soda-Fabrik, Ludwigshafen a. Rh. 22. 6. 95.
- B. 17 881. Darstellung von **Azofarbstoffen** der Benzidinreihe aus Monoazofarbstoffen; Zus. z. Pat. 84 893. — Badische Anilin- und Soda-Fabrik, Ludwigshafen a. Rh. 16. 7. 95.
26. C. 5994. Apparat zur Herstellung von **Acetylengas**. — F. Cornaille, Paris. 19. 2. 96.

(R. A. 7. Mai 1896.)

12. N. 3652. Herstellung von Platten aus **Filtermasse**. — H. A. Nitzsche, Hartmannsdorf i. S. 27. 12. 95.
22. F. 8403. Darstellung von wasserlöslichen **Safraninazofarbstoffen**. — Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning, Höchst a. M. 29. 6. 95.

(R. A. 11. Mai 1896.)

22. F. 8627. Darstellung von Disazofarbstoffen aus **Diphenylin**. — Farbwerk Griesheim a. Main, Noetzel, Istel & Co., Griesheim a. M. 14. 10. 95.
78. G. 9942. **Sicherheitsprengstoffe** aus Ammonsalpeter, gelatinirten festen Nitrokohlenwasserstoffen und flüssigem, chlorirtem Naphtalin. — A. Geserich, Rotterdam. 30. 7. 95.