

Es bleibt noch übrig, einige Versuche anzuführen, welche darthun sollten, ob die Temperatur, bei welcher der Firniss bereitet wurde, einen Einfluss auf die Trockenfähigkeit auszuüben vermag.

creditiren. Meine Zeilen sollen also in erster Linie als Mahnung dienen, bei allen diesbezüglichen Versuchen die äusserste Vorsicht walten zu lassen, insbesondere sich nicht durch einige wenige Versuche täuschen und

X.

| Siccativ | Gehalt des Firnisses an Siccativ in Proc. | Gehalt des Firnisses an Proc. | | Temperatur der Firnisbereitung | Trockenzeiten in Stunden | | | | | | | | |
|-----------------------------------|---|-------------------------------|------|--------------------------------|--------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|--------|-------|
| | | Pb | Mn | | I | II | III | IV | V | VI | VII | VIII | IX |
| a) harzsaures Blei-Mangan | 2 | 0,18 | 0,03 | 2 Std. 260° | 4 | 4 3/4 | 4 1/2 | 7 | 4 1/4 | 6 3/4 | 7 1/2 | 7 | 5 1/2 |
| b) harzsaures Blei-Mangan | 2 | 0,18 | 0,03 | kalt | 3 3/4 | 4 3/4 | 5 1/2 | 5 1/2 | 5 1/2 | 7 | 7 | 8 | 7 |
| c) Bleiglätte und Mangan-oxhydrat | 0,2+0,07 | 0,18 | 0,03 | 2 Std. 220° | 4 | 4 3/4 | 4 1/2 | 4 | 4 1/4 | 5 1/4 | 7 1/4 | über 8 | 5 1/2 |

Aus obigen Tabellen I₁ und H₁ lassen sich weitere Beispiele zusammenstellen.

zur Aufstellung allgemeiner Grundsätze verföhren zu lassen. Nur eine grosse Anzahl

H₂.

| Leinöl | Siccativ | Gehalt des Firnisses an Siccativ in Proc. | Gehalt des Firnisses an Proc. | | Temperatur der Firnisbereitung | Trockenzeiten in Stunden | | | | | | | | | | | | | | | |
|--------------|------------------------|---|-------------------------------|------|--------------------------------|--------------------------|-------|-------|-------|-------|--------|--------|---------|--------|--------|----|--|--|--|--|--|
| | | | Pb | Mn | | 18.I. | 96 | 23.I. | 27.I. | 30.I. | 25.II. | 27.II. | 18.III. | 29.IV. | 16.VI. | 97 | | | | | |
| a) gebleicht | harzsaures Blei-Mangan | 2 | 0,17 | 0,03 | kalt | 6 1/2 | 8 1/2 | 9 | 8 | 8 1/2 | 7 1/2 | 6 1/2 | 7 1/2 | 9 1/4 | | | | | | | |
| b) gebleicht | harzsaures Blei-Mangan | 2 | 0,17 | 0,03 | 2 Std. 150° | 6 3/4 | 8 1/2 | 9 1/2 | 8 | 8 | 7 1/2 | 7 1/2 | 7 1/2 | 7 1/2 | | | | | | | |

Das bei Tabelle X verwendete Leinöl war durchweg rohes, gut abgelagertes; die Firnisse waren an demselben Tage bereitet. Die Aufstriche erfolgten in Zwischenräumen von 1 bis 3 Tagen, in jeder einzelnen Verticalreihe zu gleicher Zeit. Die ersten in den Tabellen X, I₃ und H₂ angegebenen Trockenzeiten wurden 1 bis 3 Tage nach Darstellung der Firnisse beobachtet.

Es dürfte schwer fallen, aus diesen Tabellen einen Unterschied in der Trockendauer kalt bereiteter und warm bereiteter Firnisse abzuleiten.

Bei der Veröffentlichung einiger weiteren Versuche, die speciell die Theorie der Firnisbildung berühren, werde ich Gelegenheit haben, auch etwas näher auf das Verhältniss der Trockenkraft des Bleis zu der des Mangans einzugehen.

Zum Schlusse möchte ich noch bemerken, dass ich bisher keine Veranlassung hatte, obige Notizen aus der Hand zu geben. Infolge verschiedener Veröffentlichungen von anderer Seite halte ich es aber für angebracht, die Schwierigkeiten, welche dergleichen Versuche bieten, einmal deutlich vor die Augen zu führen, und vor den Irrwegen, auf die man bei unvorsichtiger Beobachtung leicht gerathen kann, zu warnen. Ich theile nicht die Ansicht vieler radcialen Collegen, dass beim Firniss und den verwandten Gebieten „alle Theorie grau“ ist, aber ich bin der Meinung, dass man ausserordentlich peinlich beobachten muss, wenn man nicht Resultate erhalten will, die von Anfang an die Theorie dis-

Beobachtungen kann nach meiner Meinung ein einigermaassen sicheres Resultat geben, und wenn meine Zeilen, als kleiner Beitrag zur Befestigung der Anschauungen, die Anregung zu weiteren Versuchen geben, so würde mich dies mit Genugthuung erfüllen.

Leipzig, 30. Juni 1897.

Brennstoffe, Feuerungen.

Zur trocknen Destillation des Holzes hält F. Schmidt (D.R.P. No. 93 113) die Form am geeignetsten, welche sich durch Zerkleinern harter Hölzer mittels der Maschinen ergibt, die zum Zerkleinern des Quebrachoholzes im Gebrauch sind und eine Schnittform liefern, welche als sogen. „Hirnschnitt“ bekannt ist. Die Schnittform entsteht dadurch, dass die Maschinenmesser senkrecht zu dem Hirnende des Stammes geführt werden, oder schwach geneigt, oder so, dass der zu zerkleinernde Stamm winklig angeordneten Messern entgegengesetzt wird. Die erhaltenen Späne legen sich beim Aufschichten in der Retorte so an einander, dass Kanäle gebildet werden, durch die die Dämpfe des Destillationsgutes leicht entweichen können.

Verkoken von Braunkohle. Nach D. Nagy (D.R.P. No. 93 222) wird die Braunkohle in Gefässen oder Meilern mit

Zugabe von 0,27 bis 0,65 Proc. Calciumchlorid und im Verhältniss dieser Menge von Calciumchlorid mit 0,5 bis 2 Proc. kohlsaurem Magnesium, ferner mit 0,01 bis 0,5 Proc. Borsäure unter atmosphärischem Druck einer trockenen Destillation oder Verkohlung unterworfen. Bei diesem Verfahren soll angeblich die Braunkohle zu einem zwischen der Holzkohle und dem Steinkohlenkoks stehenden Stoff umgestaltet, der Kohlenstoffgehalt derselben erhöht und die schädlichen Beimengungen entfernt werden. „Es verbinden sich nämlich die in der Braunkohle vorhandenen Aluminiumverbindungen mit den oben erwähnten Zusätzen zu Glas, welches das Zusammenhalten der Kohle und deren koksartige Beschaffenheit bewirkt.“ (?)

Gasmischer. Nach G. J. Caton (D.R.P. No. 92 586) ist der Raum *K* (Fig. 166 und 167), welcher das mit atmosphärischer Luft vorgemischte Leuchtgas enthält, mit

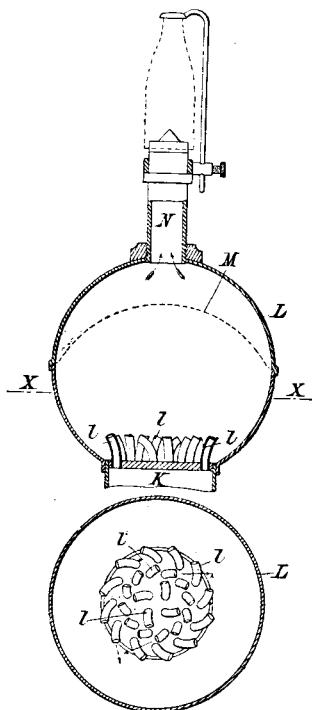


Fig. 166 und 167.

dem Hohlraum *L* durch viele entgegengesetzt gerichtete Röhren *l* verbunden, durch welche das im Raum *K* vorgemischte Gas emporsteigt und in zahlreiche sich kreuzende und einander durchdringende Ströme getheilt wird. Die hierbei auftretende Durchwirbelung der Gasmoleküle bewirkt, dass das im Raum *K* vorgemischte Gas auf das Innigste gemischt wird. Nach Durchströmung des Siebes *M* strömt das Gasgemisch in den Brenner *N*,

an dessen Austritt es unter Entwicklung einer intensiven Hitze verbrennt.

Trocknen von Acetylen. Nach E. N. Dickerson und J. Suckert (D.R.P. No. 92 915) wird das feuchte Gas in einem besonderen Trockenapparat in Berührung mit Calciumcarbid gebracht, um dem Gase den Wasserdampf zu entziehen und diesen durch das infolge der Einwirkung des Dampfes auf das Carbid entstehende Acetylen zu ersetzen.

Reibmasse für phosphorfreie Zündhölzchen von M. Schlesinger (D.R.P. No. 93 350) besteht aus

| | |
|-----------------|-----------|
| Rothem Phosphor | 3,5 Proc. |
| Leim | 4,5 |
| Bleisuperoxyd | 30,0 |
| Schwefelantimon | 16,0 |
| Braunstein | 1,0 |
| Schwefel | 3,0 |
| Cement | 10,0 |
| Wasser | 32,0 |

Der rothe Phosphor wird in lauem Wasser zertheilt, der Leim in warmem Wasser aufgelöst. Diese beiden Flüssigkeiten werden in einem warmen Bad gut vermischt und zusammengerührt, wobei nach je 10 bis 15 Minuten die übrigen Bestandtheile in folgender Reihe beigemischt werden: Bleisuperoxyd, Schwefelantimon, Braunstein, Schwefel und Cement. Nach guter Vermischung wird die Masse auf einer Mühle gemahlen und dann als Reibfläche auf Gegenständen beliebigen Materials in entsprechender Stärke aufgetragen.

Hüttenwesen.

Puddelofen mit Vorwärmung für die Beschickung. Nach J. Immel (D.R.P. No. 92 141) ist über dem Rost *r* (Fig. 168 und 169) der Vorwärmer *v* angeordnet, der nach dem Puddelherd hin durch einen Schieber *s* abgeschlossen werden kann und mittels eines seitlichen Kanals *v*₁, durch welchen die Beschickung erfolgt, nach aussen führt. Dieser Kanal *v*₁ wird aussen durch eine Thür *t* abgeschlossen. Der Schieber *s* ist am vorderen Ende des Vorwärmerherdes *v* angeordnet und wird zugeschoben, um beim Einsetzen neuer Roheisenmasseln in den Vorwärmerherd ein Eindringen von kalter Luft durch die Thür *t* nach dem Puddelherd hin zu verhindern. An der Stelle, an welcher sich der Vorwärmerherd *v* befindet, ist die Temperatur so hoch, dass bisher immer innerhalb von 3 bis 4 Wochen ein Durchbrennen des Ofengewölbes stattfand, und wenn dasselbe in der letzten Zeit sehr dünn war,

eine grosse Wärmemenge durch Strahlung verloren ging. Durch das nunmehr regelmässige, täglich 6- bis 8malige Einsetzen von kalten Masseln wird die Temperatur

Zur Reinigung geschmolzener Metalle empfiehlt J. L. Gauharou (D.R.P. No. 92 806) Natriumcarbid. Die Wirkung des Natriums in Natriumcarbid wird durch

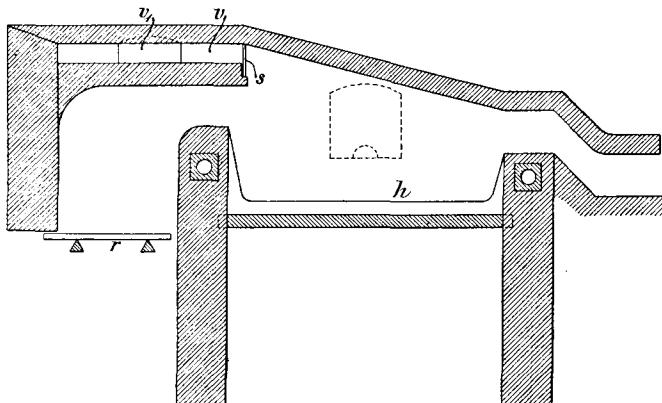


Fig. 168.

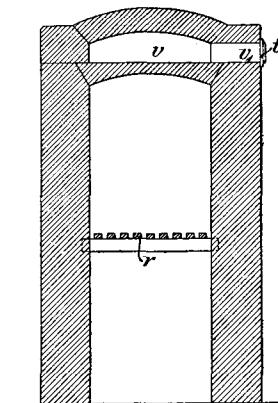


Fig. 169.

jedoch derart zurückgehalten, dass sowohl der Vorwärmeherd *v*, als auch durch diesen wiederum das Ofengewölbe vollkommen geschützt bleibt.

Zum Reinigen von Eisen- und Stahlgegenständen werden nach Focke (D.R.P. No. 91 147) die Gegenstände mit etwa 2 proc. Flusssäure 1 bis 2 Stunden behandelt, wodurch Sand und Rost, aber kein Metall, gelöst wird. Es folgt dann ein Waschen mit heissem, mit Kalkmilch versetztem Wasser.

Zur Kohlung von Flusseisen wird nach K. Stobrawa (D.R.P. No. 92 760) nach der Entphosphorung und Desoxydation die Basicität der Schlacke durch Zusatz von gebranntem Kalk erhöht und dann ein mit gebranntem Magnesit oder Dolomit umkleideter eiserner Ring auf das Bad gelegt. Der Ring sinkt durch die Schlackendecke bis in das eigentliche Stahlbad ein und schwimmt auf demselben. Dabei muss seine Höhe so bemessen sein, dass er aus der Schlackendecke emporragt. Die innerhalb des Ringes oder Rahmens befindliche Schlacke wird mittels eines Schöpflöffels ausgeschöpft und dadurch eine vollständig schlackenfreie Metallfläche innerhalb des Ringes erhalten. Bringt man nun gemahlene, gut getrocknete Koks auf diese Fläche, so wird der Kohlenstoff von dem Eisen lebhaft aufgenommen. Um eine gleichmässige Kohlung zu bewirken, wird der Ring während dieses Processes auf dem Bade bewegt und dasselbe umgeführt. Bei diesem Verfahren kann die Reduction von Phosphor aus der Schlacke durch den Kohlenstoff nicht stattfinden, da der letztere von der Schlacke durch den Magnesitring isolirt ist.

die Verbindung des Natriums mit dem Kohlenstoff geregelt, so dass diese Wirkung in ruhiger Weise verläuft und keine Explosionen stattfinden, wie dies im Falle der Anwendung metallischen Natriums geschieht. Zu derselben Zeit, wo sich der Kohlenstoff mit dem Wasserstoff verbindet oder mit dem Metallbade vermischt, reducirt das freiwerdende Natrium die Oxyde und zersetzt die Sulfide, wodurch Natron, Schwefelnatrium und Natriumsulfat entstehen; diese Stoffe saigern sogleich nach der Oberfläche des Metallbades. Infolge dieser doppelten Zersetzung wird eine völlige Reinigung des Metallbades erreicht.

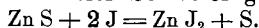
Um Phosphorkupfer auf nassem Wege herzustellen, reibt man nach J. L. Seyboth (D.R.P. No. 93 189) 55 Th. Kupferhammerschlag mit 5 Th. Gummi oder jedem anderen Bindemittel und 25 Th. heissem Wasser innig zu einem homogenen Brei an und trägt in das Gemisch 10 Th. gepulverten amorphen Phosphor ein. Dieses Gemisch wird entweder sofort in Formen ausgegossen oder nach dem Erkalten in Formen von bestimmtem Gewicht gepresst, um als Zusatz zu Metalllegierungen zu dienen.

Silberhaltige sulfidische Erze werden nach E. F. Turner (D.R.P. No. 92 805) mit Hülfe von Salzsäure zum Zerfall gebracht, wobei Metallchloride gebildet werden. Diese werden geschmolzen und die werthvollen Metalle gewonnen. Hierbei entsteht Schwefelwasserstoff, welcher, als Heizmittel benutzt, durch seine Verbrennungsproducte für die Gewinnung neuer Mengen von Salzsäure benutzt wird. Es wird jedoch von dem hierbei erhaltenen Schwefelwasserstoff nicht nur

während des Processes durch Behandlung von Chlornatrium mit der schwefigen Säure, die von der Verbrennung des Schwefelwasserstoffes herrührt, eine neue Menge von Salzsäure erhalten, sondern daneben auch andere Producte, wie Ätznatron oder andere Natronproducte. Ein Theil derselben wird zur Behandlung von wässerigen Chloriden benutzt, die in dem ersten Theil des Processes erhalten werden, während der Überschuss verkauft werden kann.

Verfahren zur Gewinnung von Gold und Silber von J. Crooke (D.R.P. No. 92 916) ist dadurch gekennzeichnet, dass man die geeignet vorbereiteten, mit einem Alkalichlorid durchmengten Erze, mit oder ohne Zusatz von Manganoxyd, mit einer Lösung von salpetersaurem Kupferoxyd, welcher ein Zusatz von leicht angesäuertem Chlornatriumlösung beigegeben werden kann, zu einem Brei verarbeitet und diesen dann mit einer Chlor entwickelnden Säure behandelt, um die Edelmetalle in Chlorverbindungen überzuführen, aus denen sie in bekannter Art ausgeschieden werden können.

Bestimmung des Schwefels im Eisen. Nach L. Campredon (Stahleisen 1897, Sonderabdr.) entbindet sich bei Einwirkung der mit Wasser verdünnten Salzsäure auf Eisen nur ein Theil des Schwefels in Form von Schwefelwasserstoff, der Rest entweicht im Zustand einer organischen Verbindung, die weder durch Metallsalzlösungen noch durch bromhaltige Salzsäure, Wasserstoff-superoxyd oder dergleichen oxydirbar ist. Er empfiehlt daher Durchleiten der mit Kohlensäure und Wasserstoff vermengten Gase durch eine zur Rothglut erhitzte Porzellanröhre, um die gasförmigen Schwefelverbindungen, welche in anderer Form als Schwefelwasserstoff freiwerden, in Schwefelwasserstoff zu verwandeln. Dann Durchleiten der Gase durch eine Lösung von Zinkacetat, angesäuert mit Essigsäure, um den Schwefelwasserstoff in Schwefelzink umzubilden, welches in schwacher Essigsäure unlöslich ist. Es folgt die Titration des gebildeten Schwefelzinks mittels einer Normal-Jodlösung und einer Lösung von unterschwefligsaurem Natron, womit der Überschuss von Jod zurücktirt wird. Bei einem Überschuss von Jod wird nach folgender Gleichung aus dem Zinksulfid Zinkjodid und freier Schwefel gebildet:



Dazu bemerkt W. Schulte (Stahleisen 1897, gef. eing. Sonderabdr.), es werde hauptsächlich ein Theil des Schwefels in Form einer Schwefelverbindung (Methylsulfid?) ent-

wickelt, die bei mässiger Rothglut Schwefelwasserstoff liefert. Er empfiehlt den Apparat Fig. 170 für solche Untersuchungen. Ein Kipp'scher Apparat grössten Formats dient zur Entwicklung von Kohlensäure, herzustellen aus weissem Marmor und roher, verdünnter Salzsäure (1 Vol. HCl : 1 Vol. H₂O), *B* ist eine Kochflasche von 450 bis 500 cc Inhalt, passend zum Auflösen von 10 g Eisen, *C* ein dreifach durchbohrter Gummistopfen, *D* eine Trichterröhre mit Hahn, *CEF* ein Rückflusskühler, *H* eine Vorlage zur Aufnahme von ammoniakalischem Wasserstoffsperoxyd oder einer Lösung von saurem Cadmiumacetat, *L* ein kurzer, solider Verbrennungsofen nach Glaser mit 7 Brennern, die Röhre *KM* erhitzen, *N* ebenfalls eine Vorlage = *H*.

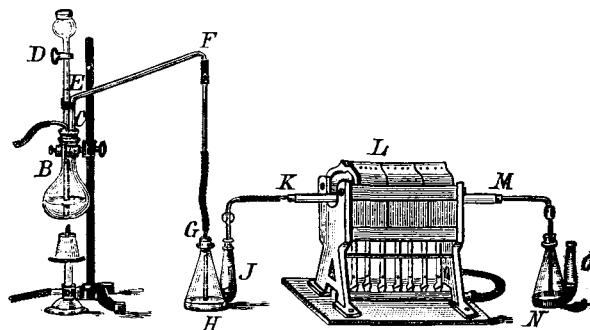


Fig. 170.

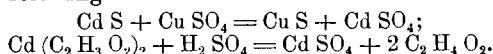
Man stellt sich zunächst nach folgender Vorschrift 3 Lösungen her:

- I. Verdünnte Salzsäure, gewonnen durch Mischen von 1 Vol.-Theil conc. Salzsäure (spec. Gew. 1,19) mit 2 Vol.-Theilen destill. Wasser. 1 g Eisen erfordert beim Auflösen 20 cc dieser verdünnten Säure.
- II. 25 g Cadmiumacetat (oder billiger 5 g Cadmiumacetat + 20 g Zinkacetat) werden mit 200 cc Eisessig und destill. Wasser auf dem Wasserbade erwärmt, die Lösung nach dem Erkalten mit mehr Wasser auf 1 l gebracht und gut filtrirt.
- III. 120 g krystallisirter Kupfervitriol, gut zerrieben, werden mit 800 cc destillirtem Wasser und 120 cc concentrirter Schwefelsäure durch Erwärmen auf dem Wasserbade und Schütteln gelöst, die Lösung nach dem Erkalten mit mehr Wasser auf 1 l gebracht und filtrirt.

Hat man den Apparat zusammengesetzt, so zündet man zunächst den Gasofen *L* an, da die Glasröhre 10 bis 15 Minuten gebraucht, um schwach rothglühend zu werden. Jetzt wiegt man etwa 10 g des zerkleinerten Eisens ab und bringt dasselbe in die Kochflasche *B*. Nun giesst man in die Vorlagen *H* und *N* so viel von der Acetatlösung II, dass dieselbe beim Durchleiten von etwas Kohlensäure durch den Apparat und bei geschlossenem Hahn *D* in den Ansätzen *J* und *O* der

Vorlagen ungefähr 3 cm höher steht als im Hauptgefäß derselben, wozu etwa 30 bis 40 cm erforderlich sind. Darauf leitet man einen lebhaften Strom von Kohlensäure durch die Apparaththeile, damit die Luft aus der Kochflasche *B*, der Vorlage *H* und der Glasröhre verdrängt werde, wobei es gut ist, den Inhalt der Vorlage *H* einige Male zu schütteln, damit die Luft vollständiger herauskomme. Nach 5 Minuten sind 2 bis 3 l Kohlensäure entwickelt worden und man hört nun mit dem Durchleiten derselben auf. Man giesst jetzt für 10 g Eisen 200 cc der verdünnten Salzsäure I durch die Trichterröhre, schliesst aber den Hahn *D* so frühzeitig, dass die Röhre unterhalb desselben vollständig mit der Säure gefüllt bleibt, damit keine Luftblasen in die Kochflasche gelangen können. Hierauf erwärmt man deren Inhalt mittels einer Bunsen'schen Flamme von 2,5 bis 3,5 cm Höhe ohne Anwendung eines Drahtnetzes, so dass die Gasentwicklung in *B* bald flott von Statten geht. Während dessen soll der Rückflusskühler nur bei *E* warm werden, bei *F* aber fast kalt bleiben. Man achtet nun darauf, dass die Glasröhre zwischen den Ziegeln auf 15 bis 20 cm Länge schwach, doch deutlich rothglühend bleibt. Kommen in *H* gar keine Gasblasen mehr zum Vorschein, so ist das Eisen gelöst, was bei 10 g desselben 1 bis 1½ Stunden in Anspruch nimmt. Jetzt lässt man die Flamme 5 bis 6 cm hoch brennen, so dass die Eisenlösung auf 2 bis 3 Minuten in lebhaftes Kochen geräth, während welcher Zeit man mit den Wasserdämpfen auch Kohlensäure fortleitet, um aus der Kochflasche *B* und der Vorlage *H* allen Wasserstoff nebst Schwefelwasserstoff zu entfernen und durch die glühende Röhre zu leiten; es ist vortheilhaft, die Vorlage *H* hierbei mitunter etwas zu schütteln. Fühlt sich dieselbe am Boden gut lauwarm an, so kann man sicher sein, dass aller Schwefelwasserstoff von den Acetatlösungen absorbiert worden ist. Die vordere Vorlage *H* hat nun denjenigen Schwefel als Sulfid vollständig aufgenommen, welcher aus der Kochflasche direct als Schwefelwasserstoff herauskam; die hintere Vorlage *N* enthält den Schwefel als Sulfid gebunden, welcher erst durch Glühen der Gase zu Schwefelwasserstoff umgeformt wurde. Wurde zuletzt unter Kochen der Eisenlösung wieder 1 bis 2 l Kohlensäure durch den Apparat hindurchgeleitet, so dreht man das Gas des Glühofens ab. Sodann schliesst man auch den Hahn des Kipp'schen Apparats, öffnet hingegen sofort den Hahn *D*. Nun löst man das Kautschukröhrchen bei *G* und trägt die Vorlagen zum Arbeitstisch. Hier werden sofort durch *J*

und *O* je 5 cc der sauren Kupferlösung III hineingegossen, wonach sich das Schwefelcadmium in schwarzes Schwefelkupfer umsetzt; jedoch ist in demselben Kupfersulfat überschüssig. Ferner sind jetzt die Acetate durch ein Übermaass von Schwefelsäure in Sulfate verwandelt worden, weil diese viel leichter aus dem Filter auszusüssen sind als Acetate. Diese Vorgänge werden durch folgende Gleichungen veranschaulicht:



Das Kupfersulfid wird durch Glühen in Kupferoxyd übergeführt und aus der Menge desselben der Schwefel berechnet.

Apparate.

Laboratoriumsapparat zum gefahrlosen Eindampfen feuergefährlicher Flüssigkeiten. Zur Vermeidung der Unannehmlichkeiten, denen man beim Eindampfen feuergefährlicher Flüssigkeiten vielfach ausgesetzt ist, hat A. von der Linde einen einfachen Apparat construiert, der ein bequemes und sicheres Arbeiten ermöglicht. Die Einrichtung besteht aus einem Gussmantel mit eingesetztem Becher und losem Rost, der so angeordnet ist, dass selbst bei heftigen Windstößen eine Belästigung durch Asche ausgeschlossen ist. Die Heizung geschieht vermittels Würfel aus Glühstoff, welche sich leicht mittels des Bunsenbrenners oder durch Übergießen mit Spiritus anzünden lassen. Ein solcher Würfel glüht in obigem Apparat vollständig geruchlos 2 bis 3 Stunden lang. Den glühenden Würfel kann man ruhig mit Alkohol, Benzin, Äther, Aceton o. dgl. übergießen, ohne dass eine Entflammung eintritt; eine Ausnahme hiervon bildet der Schwefelkohlenstoff. — Infolge der ganz gleichmässigen Wärmeentwicklung ist ein Springen von Bechergläsern und Schalen, sowie auch das unangenehme Stossen der Lösungen gänzlich vermieden. — Den Vertrieb des Apparates, sowie des dazu gehörigen Glühstoffs hat die Firma E. Leybold's Nachfolger in Cöln a. Rh. übernommen.

Vorrichtung zum Kuppeln von Röhren. Bei der Zusammenstellung von chemischen Apparaten kommt es öfters vor, dass mehrere Röhren zu einem Bündel vereinigt werden sollen; früher machte man das meistens mittels Korkstücken, eine Arbeit, die erstens sehr langweilig ist, und zweitens, wenn nicht von sehr geübter Hand ausgeführt, unschöne Ergebnisse liefert. Viel einfacher erreicht man diesen Zweck, wenn

man sich der in Fig. 171 abgebildeten Drahtkreuze bedient. Dieselben sind sehr leicht herzustellen und werden für den Gebrauch nur an den Kreuzen mit Gummischläuchen

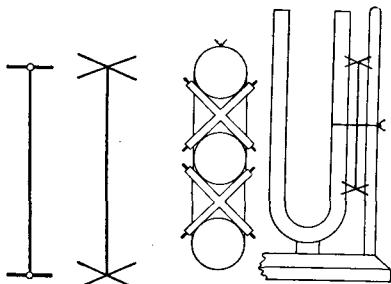


Fig. 171.

überzogen. Ein einfaches Aufeinanderlegen von Röhren und Drahtkreuzen und Zusammenbinden mittels eines Fadens oder Drahtes genügt, um einen tadellos montierten Apparat zu erhalten.

O. B.

Coquillon-Grisometer von grosser Empfindlichkeit. Der zur Untersuchung von Schlagwettern bestimmte Apparat gestattet noch $\frac{1}{10000}$ Sumpfgas zu bestimmen. Derselbe besteht aus einer Glocke *G* (Fig. 172)

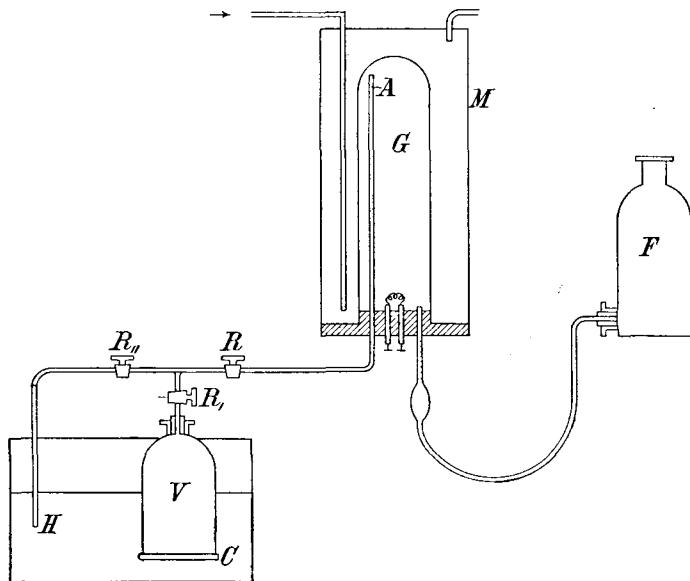


Fig. 172.

von etwa 200 cc Inhalt, welche unten mit einem Gummistopfen geschlossen ist, der 4mal durchbohrt ist. Durch zwei Bohrungen gehen Messingröhren, die, wie bei seinem früheren Apparat, eine Platin- oder Palladiumspirale tragen, welche vermittle einer Elektrizitätsquelle zum Hellrothglühen erhitzt werden kann. Durch die dritte Bohrung geht eine Glasröhre *A* bis oben an die Glocke, unter dem Stopfen ist dieselbe rechtwinklig

umgebogen und mit einem T-Rohr verbunden, das 3 Hähne besitzt. Das eine Ende dieses Rohres *N* ist umgebogen und taucht in das Sperrwasser der Wanne *C*. Die dritte Mündung des T-Rohres ist mit einem Gasbehälter *V* verbunden, der die zu untersuchende Luft enthält, die vierte Bohrung des Gummistopfens trägt ein calibrirtes mit einer Theilung versehenes Rohr *B*, welches durch einen Gummischlauch mit der Saug- und Druckflasche *F* verbunden ist. Um sehr geringe Mengen Schlagwetter bestimmen zu können, darf man dem Messrohr *B* keinen grösseren Durchmesser als 1 bis 2 mm geben, entsprechend einem Inhalt von 1 cc, in 20, 25 oder 50 Theile getheilt; für weniger genaue Bestimmungen kann man den Durchmesser dieses Rohres grösser nehmen. Die Verbrennungskammer ist mit einem Glasmantel *M* umgeben, der zur Erhaltung einer gleichmässigen Temperatur mit Wasser gefüllt ist.

Dieser Mantel kann entweder mit dem Gummistopfen der Glocke abschneiden oder kann so lang sein, dass auch noch das Messrohr innerhalb derselben liegt; im letzteren Fall ist man sicher, dass das Gas überall die gleiche Temperatur hat, im ersteren ist bequemer zu arbeiten. Das Ganze wird von einem Stativ *D* getragen.

Für den Versuch wird die Wanne *C* und die Glocke *V* mit Wasser von der möglichst gleichen Temperatur wie das Wasser in dem Mantel *M* angefüllt, dasselbe Wasser giesst man auch in die Flasche *F*. Durch Erheben der Flasche gelangt das Wasser in das graduirte Rohr, in die Glocke und läuft schliesslich, indem es die Luft austreibt, bei *H* aus. Ist alle Luft vollkommen ausgetrieben, werden die Hähne geschlossen und die Flasche *F* in Ruhe gesetzt. Nachdem das zu untersuchende Gas in den Gasbehälter *V*

gebracht ist, werden durch Öffnen der Hähne *R*, *R* und Senken der Druckflasche *F* die Schlagwetter in die Glocke *G* geschafft. Man lässt das Wasser in der Glocke *G* soweit sinken, dass es noch ein wenig unter der Platinspirale steht; in diesem Augenblick schliesst man *R*, und öffnet *R*, während man die Druckflasche langsam senkt; das Wasser steigt infolge dessen in das Rohr *A* und treibt das Gas, das sich hier der Verbrennung entzogen hätte, nach *G*. Wenn

das Wasser bis zur Mündung des Rohres *A* gestiegen ist, schliesst man die Hähne und setzt die Flasche *F* an ihren Platz. Es wird bemerkt, dass das Gas überall durch Wasser abgeschlossen und ein Entweichen desselben unmöglich ist.

Die Zeitdauer, die erforderlich ist, bis das Volumen constant ist, hängt von dem Temperaturunterschied zwischen Gas und Wasser ab. Die Verbrennung dauert etwa 20 Secunden. Die Abkühlung des Gases auf die ursprüngliche Temperatur dauert etwa 10 bis 12 Minuten. Die Ursache für eine so genaue Bestimmung liegt in den neuen französischen Vorschriften für die Schlagwettergruben, für welche sehr genaue Bestimmungen vorgeschrieben sind. *O. B.*

Calcinir- oder Röstapparat von F. Brandenburg (D.R.P. No. 92754) soll es ermöglichen, das Calciniren oder Rösten beliebig lange ohne Unterbrechung selbst-

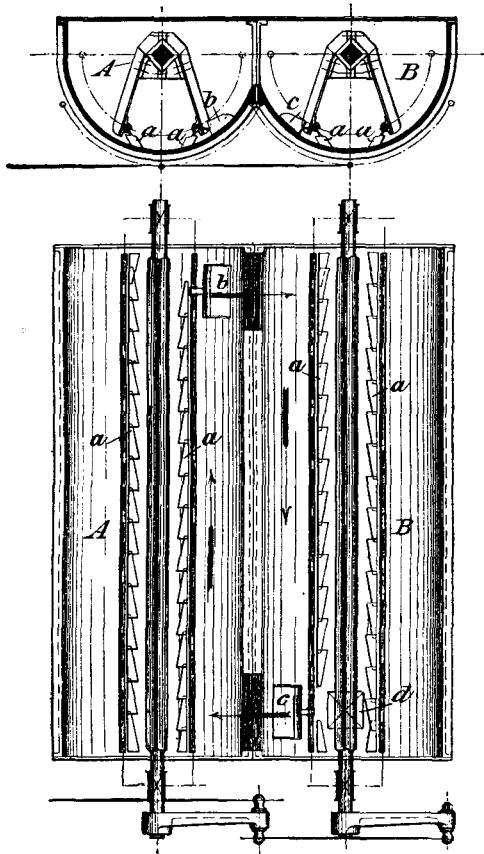


Fig. 173 und 174.

thätig vor sich gehen zu lassen. Die Einrichtung besteht aus zwei Calcinir- oder Röstpfannen *AB* (Fig. 170 u. 171), welche so der Länge nach miteinander verbunden sind, dass das Calcinir- oder Röstmaterial an dem einen Ende durch die Entleerungsschaufel

der einen Pfanne *A* in die andere Pfanne *B* und an dem anderen Ende durch die Entleerungsschaufel der anderen Pfanne *B* in die eine Pfanne *A* geworfen wird u. s. f., sodass das Material in der bekannten Weise durch die schwingenden Schaufeln *a* von einem Ende der Pfannen zu dem anderen Ende befördert wird, und durch die Schaufeln *b* und *c* von einer Pfanne in die andere gebracht, einen Kreislauf ausführt, welcher so lange ausgedehnt werden kann, bis das Material genügend calcinirt oder geröstet ist. Die Entleerung der Pfanne geschieht dann durch eine in der einen Pfanne befindliche Thür *d*. Dadurch, dass bei der neuen Einrichtung der Calcinir- oder Röstprocess bis zu seiner Beendigung selbstthätig vor sich geht, kann der Raum, in welchem sich der Calcinirapparat befindet, während der Dauer des Processes geschlossen bleiben. Hierdurch wird in den Fällen, wo bei dem Calcinir- oder Röstprocess sich giftiger Staub entwickelt, wie z. B. bei der Mennigefabrikation, das Einathmen dieses Staubes seitens der Arbeiter vermieden. Ferner wird hierdurch ermöglicht, zu dem Calcinir- oder Röstprocess heisse Luft zu verwenden, welche in den Raum eingeführt wird.

Zum gleichzeitigen Auslaugen und Verdampfen werden nach A. Kumpfmiller und E. Schultgen (D.R.P. No. 92790) die auszulaugenden Massen auf einen Siebboden *K* (Fig. 175) gebracht, der sich in einem in die Steigleitung *E* eingeschalteten Gefäss *N* befindet. Die ununterbrochen kreisende Flüssigkeit laugt dabei die Massen aus, bis die Lösung gesättigt ist. Ist der Sättigungsgrad erreicht, so scheidet sich im Verdampfer *A* infolge der daselbst stattfindenden Verdampfung und Temperaturerniedrigung ein Theil der gelösten Salze aus und wird durch das Filter *I* des in die Abfallleitung *C* eingeschalteten Gefässes *H* zurückgehalten, während die von festen Salzen befreite Lösung, deren Lösungsfähigkeit infolge der im Heizkörper *B* stattfindenden Temperaturerhöhung wieder grösser geworden ist, sich in *N* von Neuem mit Salzen sättigt. Der im Verdampfer *A* entwickelte Brüden kann in einem Röhrencondensator *L* verdichtet werden und das condensirte Wasser durch ein Rohr *M* unterhalb des Filters *I* wieder in den Kreislauf eingeführt werden, sodass also mit derselben Menge Wasser beliebige Mengen Material ausgelaugt werden können.

Steigt die in *B* erwärmte Flüssigkeit in dem Rohr *E* nach aufwärts, so wird sich die Einwirkung des in *A* herrschenden Vacuums

in immer stärkerem Maasse geltend machen, je mehr sie sich dem Verdampfer *A* nähert. Da nun mit der Abnahme des auf der Flüssigkeit lastenden Druckes zugleich eine Erniedrigung der Siedetemperatur bedingt ist, so wird schon innerhalb des Rohres *E* die in *B* aufgenommene Wärmemenge eine Bildung von Dampfblasen bewirken, und zwar in immer stärkerem Maasse, je mehr die Flüssigkeit nach aufwärts steigt. Infolge dieses Vorganges ist somit das Steigrohr *E* nicht mit einer geschlossenen Flüssigkeits-

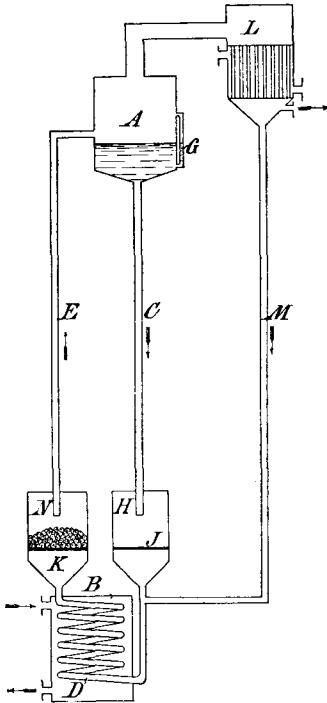


Fig. 175.

säule, sondern mit einem Gemenge von Flüssigkeit und Dampf erfüllt, welches Gemenge specifisch leichter ist als eine geschlossene Flüssigkeitssäule. Vermehrt wird dieser Unterschied im specifischen Gewicht noch durch den Umstand, dass die in *E* befindlichen Dampfblasen, je mehr sie nach oben steigen, unter dem Einfluss der Druckabnahme immer stärker expandiren und somit immer grösseren Raum einnehmen. Während nun, da innerhalb des Verdampfers *A* eine Trennung der Dampfblasen von der Flüssigkeit stattfindet, in dem Abfallrohr *C* eine geschlossene Flüssigkeitssäule sich befindet und diese bei offenen Gefässen *H* und *N* durch den äusseren Luftdruck bis zum Niveau im Verdampfer *A* im Gleichgewicht erhalten wird, wird in dem Steigrohr *E* das specifisch bedeutend leichtere Gemenge von Dampf und Flüssigkeit durch den äusseren

Luftdruck entsprechend höher gehoben, bez. mit Vehemenz in den Verdampfer *A* hineingedrückt werden, um von Dampf befreit durch *C* wieder abzufließen und von Neuem in den Kreislauf zurückzukehren.

Bei geschlossenen Gefässen *N* und *H* bilden *C* und *E* communicirende Röhren, von denen der eine Schenkel *C* mit einer geschlossenen Flüssigkeitssäule, der andere *E* dagegen mit dem specifisch bedeutend leichteren Gemenge von Dampf und Flüssigkeit gefüllt ist, infolge dessen der Inhalt von *E* durch das Gewicht des Inhalts von *C* ebenfalls mit grosser Geschwindigkeit nach *A* hineingedrückt wird.

Unorganische Stoffe.

Zur Gewinnung von Sauerstoff aus atmosphärischer Luft erhitzt H. Lapointe (D.R.P. No. 92 008) in einem Luftstrom ein Gemisch aus Ätznatron und Mangandioxyd und zerlegt das gebildete Natriummanganat mit überhitztem Wasserdampf. Das Eigenartige seines Verfahrens besteht darin, dass man das nach der Oxydationsperiode im Gefäss befindliche Gasmisch zuerst absaugt und dann erst in dieses Gefäss den desoxydierenden Dampf einleitet, zur Gewinnung eines reinen, nicht mit Stickstoff o. dgl. vermischten Sauerstoffes.

Zur Gewinnung von Ammoniumnitrat erhitzt man nach G. Craig (D.R.P.

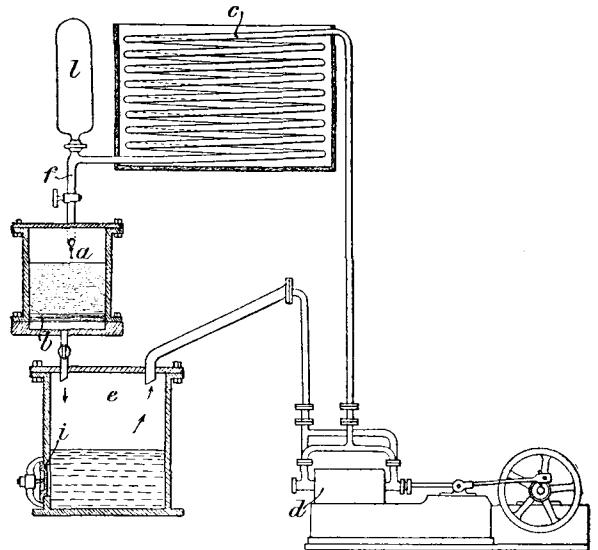


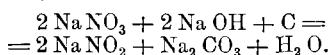
Fig. 176.

No. 92 172) Kalisalpeter oder Natronsalpeter oder beide enthaltende Mischungen mit schwefelsaurem Ammoniak und Wasser. Die

Kohlensäure in verwendbar reinem Zustande unter dem im Apparate bez. in der Verflüssigungsmaschine vorherrschenden Drucke in die Versandflaschen.

Zur Herstellung von Sprengstoffen mischt man nach M. Bielefeldt (D.R.P. No. 93 351) Chlorschwefel mit dem Nitrokörper, indem man entweder die flüssige Verbindung, wie Nitroglycerin oder Nitrobenzol, in den Chlorschwefel einträgt oder auch umgekehrt den Chlorschwefel in die Nitroverbindung gibt. Wenn die eintretende Reaction, wie es beim Nitroglycerin der Fall ist, unter zu grosser Wärmeentwicklung erfolgen würde, so wendet man bei der Vermischung Kühlung an. Die Vermischung der festen Nitroverbindungen, Nitrocellulose, Nitronaphtalin, Nitronaphtol, Nitromelasse, Nitrozucker, Nitrotoluol, Nitrophenole, mit Chlorschwefel geschieht durch Eintragen des festen Körpers in Chlorschwefel oder durch Ineinandermischen der Substanzen. Man kann auch ein Verdünnungsmittel, wie Äther, Alkohol, Essigäther, Benzin u. dergl., anwenden. Man kann auch als Flüssigkeit, in welcher die zu gelatinirenden Substanzen suspendirt werden, ein Öl, trocknender oder nicht trocknender Natur, ferner Harzöl u. s. w. benutzen. Ebenso ist der Zusatz eines Harzes förderlich. Die entstehende, sehr schnell erstarrende, je nach Bedürfniss bis hornartig harte Gelatine kann in bekannter Weise zu Körnern, Blättchen, Schnüren, Stäbchen o. dgl. verarbeitet werden oder durch Vermischen mit geeigneten Sauerstoff- und Kohlenstoffträgern äusserst brisante Sprengmittel ergeben, welche der Sprenggelatine und dem Gelatinedynamit ähnlich sind.

Zur Darstellung von Nitriten werden nach A. Knop (D.R.P. No. 93 352) 31 k Koks in 120 k geschmolzenes Ätznatron eingerührt, die Schmelze ausgegossen und erkalten gelassen. Dann werden 300 k Salpeter mit 120 k 90 proc. Ätznatron in einem Kessel mit Rührwerk geschmolzen und nach und nach unter Umrühren die Koksschmelze in Stücken eingetragen. Die Reaction verläuft unter mässigem Schäumen und ist in etwa 3 bis 4 Stunden beendet. Die Menge des gebildeten Nitrits entspricht nahezu der theoretischen Ausbeute. Die Reaction lässt sich durch folgende Gleichung ausdrücken:



Der Kohlenstoff wird hierbei zu Kohlen-säure oxydirt und diese von dem Ätznatron

gebunden. Die fertige Schmelze besteht daher aus Soda, Ätznatron und Nitrit, aus der letzteres leicht rein zu erhalten ist.

Zur Gewinnung von Ammoniak aus Melasseschlempe wird nach F. O. Matthiessen (D.R.P. No. 93 397) fein gemahlener Bauxit mit fein gemahlener Schlempekohle oder mit roher Potasche im Verhältniss von 1,5 : 1 auf einem Kollergange gemischt und mit so viel Wasser angefeuchtet, dass die Masse eben plastisch und bearbeitbar wird, worauf sie zu Ziegeln beliebiger Form gepresst wird. Diese Ziegeln werden bei 100° getrocknet und nach geeigneter Zerkleinerung in Retortenöfen zur Rothglut erhitzt. Die so erhaltene Glühmasse, die neben der überschüssigen Thonerde und den Verunreinigungen des Bauxits und der Schlempekohle im Wesentlichen aus Kaliumaluminat (und Natriumaluminat) besteht, wird fein gemahlen und dient als erstes Mischungsmaterial für die Melasseschlempe. Auf 100 Th. Schlempe oder Abfalllauge, die zweckmässig vorher auf eine Concentration von 40° B. gebracht ist, nimmt man 100 Th. Glühmasse und 30 Th. frischen Bauxit. Das Verhältniss von Lauge und frischem Bauxit ist so gewählt, dass der anorganische Theil der Lauge, die Schlempeasche, zu dem Bauxit in demselben Verhältniss steht, wie in der als Ausgangspunkt dienenden Glühmasse, also wie 1 : 1,5. In den verarbeiteten Laugen mit einem Aschengehalt von etwa 20 Proc. bei 40° B. trat ein Zusammenschmelzen der Masse leicht ein, wenn in der geglühten Masse nur 1 Th. Bauxit mit etwa 25 Proc. Wasser (Glühverlust) auf 1 Th. Schlempekohle, Schlempeasche u. s. w. kam; die Masse war hingegen zu wenig fest und zerfiel zu leicht, wenn mehr als 1,5 Th. Bauxit auf 1 Th. Asche genommen wurde. Auch das Verhältniss des Gesamtmischungsmaterials (Glühmasse und Bauxit zusammen) zur Lauge kann in gewissen Grenzen wechseln; doch ist es nicht rathsam, weniger als 100 Th. auf 100 Th. Lauge zu nehmen, da in solchem Falle das Trocknen der Masse zu lange dauert und man nicht leicht Körper von dem gewünschten Härtegrade erhält.

Die Lauge wird etwas angewärmt und dann mit Glühmasse und Bauxit in einem Kollergange oder beliebigen anderen Mischapparat gemischt, wobei man zur Erleichterung des nachfolgenden Trocknens noch etwas (etwa 5 Proc. der Lauge) Sägemehl, Torfmull u. s. w. zugeben kann. Es ist zu empfehlen, den Mischapparat mit einer Heizvorrichtung zu versehen; es kann dann,

namentlich wenn die Lauge nicht die richtige Concentration besitzt, während des Mischens schon ein weiteres Verdampfen stattfinden. Man fährt mit dem Mischen fort, bis die Masse allmählich durch Abkühlung und Absorption des Wassers schwer beweglich und plastisch geworden ist, worauf sie in Ziegel beliebiger Form gebracht und bei 100 bis 110° getrocknet wird. Sind die Steine bei dieser Temperatur vollständig hart geworden, so werden sie in Stücke gebrochen und in Retorten geglüht. Bei der ersten Einführung des Laugenmaterials sind die Retorten mit Kaliumaluminat und Thonerde in Stücken, wie oben beschrieben, aus Bauxit und Schlempekohle hergestellt, gefüllt. Die Gase durchstreichen diese glühende Masse, und hierbei werden die im oberen Theile

der Retorte erzeugten flüchtigen Stickstoffbasen in Ammoniak übergeführt. Mit fortschreitendem Betriebe gelangt die feste Laugemasse unter fortwährender Abgabe ihrer organischen Bestandtheile allmählich nach unten, bis sie in dem unteren Theile vollständig calcinirt ist, im Wesentlichen die gleiche Zusammensetzung hat, wie die zuerst aus Schlempekohle und Bauxit allein gebildete Glühmasse, und die gleiche Wirkung als Contactkörper für das oben frisch zugegebene Material ausübt. Das bei dem Glühprocess gebildete Ammoniak wird in bekannter Weise gewonnen. Die calcinirte Glühmasse aus den Retorten wird zum grösseren Theil fein gemahlen und dient zusammen mit Bauxit wieder zum Mischen mit neuen Mengen Abfalllaugen.

Verein deutscher Chemiker.

Sitzungsberichte der Bezirksvereine.

Bezirksverein für Sachsen und Anhalt.

Versammlung in Halle a. S. am 15. Mai 1897.

Der Vorsitzende eröffnet die Versammlung um 3 $\frac{1}{2}$ Uhr Nachmittags. Anwesend sind 3 Gäste und 23 Mitglieder. Nach geschäftlichen Mittheilungen folgt der Vortrag des Herrn Privatdocenten Dr. Braunschweig über:

Neuere Entdeckungen und Erfindungen auf dem Gebiete der Photographie.

Die Zahl der chemischen Ingredienzien zur Photographie ist früher eine beschränkte gewesen, man ist im Allgemeinen mit dreien ausgekommen: Cyankalium, Eisenvitriol und oxalsaurem Kali, während man jetzt eine Menge von Entwicklern besitzt, saure sowohl wie alkalische. Infolge des chemischen Studiums der photographischen Vorgänge sind diese Präparate Marktproducte geworden und werden von zahlreichen Fabriken hergestellt; die Mehrzahl sind Phenolderivate: Hydrochinon, Eikonogen, Rodinal (Paraamidophenol), Metol, Amidol, Glycin mit schwefligsaurem Natron oder Kali und Potasche oder Soda. Als Verzögerer wirkt bei stark belichteten Platten Bromkaliumlösung, tropfenweise zum Entwickler zugesetzt. Rapid-Entwickler werden anstatt mit kohlensauren Alkalien mit Ätzalkalien versetzt.

Auch die Chemie der Platten und Papier hat eine Bereicherung durch sehr viele

Körper erfahren. Früher wurde nur Silberpapier gebraucht, jetzt Anwendung von Platinpapier (mit Kaliumplatinchlorür und Ferridoxalat behandeltes, mit Arrow-Root oder Gelatine präparirtes (Rives) Rohpapier). Das Bild wird mit oxalsaurem Kali entwickelt und mit verdünnter Salzsäure fixirt. Das Papier muss vor Feuchtigkeit geschützt in Chlorcalciumbüchsen aufbewahrt werden. Direct copirendes Platinpapier braucht bloss mit Wasser und verdünnter Salzsäure gewaschen zu werden. Das Bild erscheint direct schon beim Druck, falls das Papier etwas feucht war.

Als Unterlage diente früher nur Albumin, jetzt verwendet man Celloidinpapiere. Dadurch, dass die Concentration der Lösungen wechselnd gemacht, wurden Oberflächen von verschiedenen Dicken hergestellt.

Kohleindruck (Pigmentdruck) beruht auf der Eigenschaft der Gelatine, an belichteten Stellen in warmem Wasser unlöslich zu werden, wenn sie vorher mit chromsauren Salzen behandelt wurde. Die Gelatine kann mit den verschiedensten Farben (schwarz, braun, roth, blau, grün u. dgl.) gefärbt werden. An den unbelichteten oder schwächer belichteten Stellen zeigt sich dann wieder das weisse bez. schwächer gefärbte Papier, wenn man mit warmem Wasser das Papier langsam wäscht (ev. Sägemehlzusatz). Man erzielt so directe Bilder.

Lichthoffreie Platten (beim Photographiren gegen Licht) hat man auf verschie-