

## Vorläufige Resultate der fabrikmässigen Versuche mit Darstellung von Spiritus aus Sägespähnen.

Von  
E. Simonsen.

In einer Abhandlung „Spiritus aus Cellulose und Holz“ (d. Z. Heft 9 und 10) habe ich versprochen, die Resultate der angestellten fabrikmässigen Versuche über meine Methode zur Darstellung von Spiritus aus Sägespähnen zu veröffentlichen. Durch eine lange Reihe von Versuchen im Kleinen wurden die besten Verhältnisse betreffend Spähnemenge, Wasser-, Säuremenge, Kochzeit und Druck bestimmt:

Säurestärke 0,5 Proc. (Schwefelsäure)  
Druck 9 Atm.  
Holz und Flüssigkeit 1 auf 4 bis 5 Th.  
Zeit  $\frac{1}{4}$  Stunde.

Die Ausbeute war etwa 6,5 l abs. Alkohol aus 100 k lufttrockenen Spähnen (mit 8 Proc. Feuchtigkeit). Die Zuckerausbeute (durch Fehling's Flüssigkeit bestimmt) war 22 bis 23 Proc. der lufttrockenen Spähne.

Wegen eines deutschen Patentgesuches, wo man die erreichten Resultate bestätigt zu sehen wünschte, hat der Staatschemiker in Christiania am 16. Octbr. 1895 die folgende Erklärung abgegeben:

Nach Auftrag des Herrn Chemiker E. Simonsen in Christiania habe ich in meinem hiesigen Laboratorium folgenden Versuch gemacht.

$\frac{1}{4}$  k Sägespähne wurden mit 1250 g Schwefelsäure (0,5 Proc.) im Autoclav unter einem Drucke von 9 Atm.  $\frac{1}{4}$  Stunde erhitzt, die Masse mit Wasser extrahirt und die Lösung — nach Neutralisation mit Schlemmkreide — mit Hefe vergährt.

Die Menge des gefundenen Alkohols, auf 1 k trockner Sägespähne berechnet, war 60,5 g.

*L. Schmelck.*

Es ist später gelungen, durch das Interesse und die Opferwilligkeit der Gebrüder Bache-Wiig eine Versuchsfabrik zu Stande zu bringen, um die Methode im Grossen zu prüfen. In dieser Fabrik (Rodeløken, Christiania) wurde ein Dampfkessel mit einer Heizfläche von 14 qm für Steinkohlenfeuerung (Arbeitsdruck 9 Atm.), sowie ein Kocher (Autoclav) von 7,5 cbm Inhalt, innen mit Blei ausgefüttert, verwendet. — Dieser Kocher war cylindrisch und rotirend, mit 2 Mannlöchern und Thermometer versehen nebst den nöthigen Dampfzuleitungs-, Probe- und Ablasskrähnen. Zum Pressen wurde eine gewöhnliche hydraulische Presse benutzt.

Zur Neutralisation der Säure nach der Inversion und für die nachfolgende Vergähnung wurden grosse Holzbottiche von 40 hl

und 30 hl Inhalt benutzt. Ausserdem hatten wir auch 2 Neutralisationsbottiche und 9 Gährungsbottiche von 6,5 und 7 hl Inhalt. Versuchsdestillationen zur Bestimmung des gewonnenen Alkohols wurden in einem kleinen Destillationsapparate mit einer Menge von 12 l der vergohrenen Flüssigkeit ausgeführt. Die eigentlichen Destillationen wurden in einem grossen für diesen Zweck speciell construirten Apparate ausgeführt, wo man gewöhnlich ein erstes Destillat von etwa 15 Proc. Stärke erhielt und durch eine zweite Destillation ein Destillat von ungefähr 75 Proc. Der Apparat war im Stande, stündlich den Alkohol aus 75 l der vergohrenen Flüssigkeit abzudestilliren. Er wurde durch directen Dampf geheizt. Das Gährzimmer wurde durch einen grossen Ofen geheizt. Die Temperatur während der Gährung war soweit wie möglich constant 25°. Die angewandte Hefe wurde erst durch einen gewöhnlichen Gährzieher durchgearbeitet und ohne dies gelüftet, indem sie zu wiederholten Malen aus einem Eimer in einen anderen gegossen wurde. Meistens wurde Unterhefe angewandt. Bei einzelnen vergleichenden Versuchen wurde auch Oberhefe benutzt.

**Die Arbeitsmethode war:**

1. Beschickung des Kessels mit Spähnen und nöthigem Wasser und Säure (1 Th. Spähne und 3 bis 5 Th. Schwefelsäure von Gehalt 0,5 Proc.).
2. Einleitung des Dampfes bis 100° und Abblasen eines Theiles der in den Spähnen befindlichen Luft und zuletzt Schliessen des Kochers.
3. Vorwärmung der Masse bis 174° (9 Atm. Druck).
4. Kochen  $\frac{1}{4}$  Stunde.
5. Abblasen des Dampfes.
6. Entleeren des Kochers und Abpressen der Spähne.
7. Neutralisation der freien Schwefelsäure (jedoch nicht vollständig; wir liessen die Flüssigkeit im Allgemeinen ganz schwach sauer bleiben).
8. Abkühlung der von dem abgesetzten Gypse befreiten Flüssigkeit bis 25°.
9. Zusetzen der nöthigen Hefe nebst einigen cc Nährflüssigkeit für die Hefe. (Die Nährflüssigkeit hatte die folgende Zusammensetzung: 2 l Wasser, 0,5 k Ammonnitrat, 0,25 k saures-phosphors. Kali, 0,25 k neutral. phosphors. Calcium, 0,25 k kryst. schwefels. Magnesia). Ferner wurde oft theils statt der Nährflüssigkeit, theils gleichzeitig mit derselben etwas gekochte Hefe als Nahrung zugesetzt.
10. Die Vergähnung. Diese war in 3 bis 5 Tagen beendet; zuweilen war auch längere Zeit nöthig. Der Verlauf der Vergähnung wurde durch regelmässige Untersuchungen der Abnahme des Zuckergehaltes controlirt.
11. Abtreiben des gewonnenen Alkohols und Messung desselben.

In dem erwähnten grossen Kocher war das Kochen, hauptsächlich wegen der lang-

samen Steigerung des Druckes, von unverhältnismässig langer Dauer, ungeachtet dass der Kocher sehr gut isolirt war (durch Cement). In dieser Weise wurde die Masse längere Zeit bei einer hohen Temperatur gehalten. Dadurch wurden Stoffe von gährungshemmender Natur gebildet. Die Versuche mit dem grossen Kocher ergaben daher, was aus der folgenden Tabelle hervorgeht, wenig befriedigende Vergärungen. Um dieses zu vermeiden und das Kochen in einer kürzeren Zeit ausführen zu können, und theils um die Wirkungen eines stehenden Kochers zu untersuchen, wurde ein solcher von 1 cbm Rauminhalt construirt. Der obere und untere Theil desselben waren beide kegelförmig zugespitzt. Die mittlere Partie war cylindrisch. Dieser kleine Kocher, der auf vier eingemauerten Füssen ruhte, war auswendig gut isolirt, innen mit Blei ausgefüllt und mit Schieberventil am Boden versehen. Zur Beobachtung der Temperatur und des Druckes hatte der Kocher das nöthige Manometer und Thermometer. Das Dampfzuleitungsrohr war am Boden angebracht. In dieser Weise — mit diesem Kocher — war es möglich, eine Kochung in viel kürzerer Zeit auszuführen, und die Vergärungen verliefen auch infolgedessen viel besser.

Zum Vergleich ist die Zeit angeführt, die die nachfolgenden Operationen mit dem grossen und dem kleinen Kocher erforderten.

#### A. Der grosse Kocher.

Vorwärmung bis	100°	etwa	1/4	Stunde
von 100° bis 173°	-	2	-	
Die Kochung	-	1/4	-	
Abblasen	-	1 1/2	-	
etwa 5 Stunden.				

Bei einer Reihe von Versuchen wurde mit dem Dampfkessel eine gewöhnliche Locomobile verbunden, um grössere Dampfmengen zuleiten zu können. Um ferner die Erwärmung zu beschleunigen, wurde das Wasser im Kocher vorgewärmt. Das Resultat wurde dadurch etwas verbessert, indem jedenfalls eine Temperatur von 100° schnell erreicht wurde.

Vorwärmung bis	100°	etwa	1/2	Stunde
von 100° bis 173°	-	1 1/2	-	
Die Kochung	-	1/4	-	
Abblasen	-	1 1/2	-	
etwa 3 3/4 Stunden.				

#### B. Der kleine Kocher.

Weit bessere Resultate gab jedoch der kleine Kocher — was die Zeit betrifft —, besonders wenn die Flüssigkeit auch vorgewärmt wurde:

Vorwärmung bis	100°	etwa	1/4	Stunde
von 100° bis 173°	-	1/2	-	
Die Kochung	-	1/4	-	
Abblasen	-	1	-	
etwa 2 Stunden.				

Das Abblasen konnte man unter den gegebenen Verhältnissen nicht schneller ausführen, da man sonst Flüssigkeit verlieren könnte.

In der nachfolgenden Darlegung sind nur die Hauptresultate der verschiedenen Versuche angeführt. Die misslungenen sind auch notirt, theils damit man die Ursachen sehen kann, theils weil man ja auch trotz ungünstiger Vergärung oder anderer Fatalitäten doch daraus etwas lernen kann, besonders was Condensationsverhältnisse, ausgewonnene Zuckermengen, Zuckergehalt der Flüssigkeit u. s. w. betrifft. Überhaupt können bei dergleichen Versuchen diejenigen, die ein negatives Resultat gegeben haben, von ebenso grosser sowohl wissenschaftlicher als auch praktischer Bedeutung sein, wie die, die ein positives Resultat ergaben. Um ein Bild eines vollständigen Versuches und den Arbeitsplan darzulegen, wird eine Abschrift des Protocoles betreffend drei Versuche — einer mit doppelter und zwei mit einmaliger Inversion — angeführt. (Die Doppelinvolutionen wurden ausgeführt, um festzustellen, ob man mit der nach einer Kochung gewonnenen Zuckerflüssigkeit mit Vortheil neue Mengen von frischen Spähnen invertiren könnte. Eine Verdopplung des Zuckergehaltes wäre in diesem Fall zu erwarten. Die Resultate dieser zweifachen und dreifachen Inversionen waren leider ungünstig, indem die nachfolgende Vergärung dadurch schlechter verlief.)

#### Versuch No. 27 (25. März 1897).

Kochung I. 100 k Spähne mit 25,1 Proc. Feuchtigkeit wurden mit 350 l angewärmtem Wasser und 1,75 k Schwefelsäure gekocht.

6 U. 50'	Temp. 60°
7 - 5'	- 100° (der Autoclav geschlossen)
7 - 20'	9 Atm. (165°)
7 - 35'	Temp. 175°.

Abblasen bis 9 U. 25'.

Erhalten wurden 360 l Zuckerlösung, Gehalt 4,17 g in 100 cc, also 15 k Zucker. Pressrückstände 85,5 k.

Kochung II. Die 360 l wurden mit 100 k Spähne mit 9,6 Proc. Feuchtigkeit und 250 g Schwefelsäure in 10 l Wasser verdünnt wiederum gekocht.

12 U. 37'	Temp. 45°
12 - 50'	- 85° (Kocher geschlossen)
1 - 21'	9 Atm. (175°).

Abblasen bis 3 Uhr.

Erhalten wurden 375 l Zuckerlösung von 7,67 g in 100 cc, also 25 k Zucker. Pressrückstände 107 k.

## 26. März 1897.

Die 375 l Lösung zeigten in 10 cc Lösung einen Säuregehalt entsprechend 24 cc  $\frac{1}{10}$  n. Na OH. Nach Zusatz von 5,56 k Kreide noch einen Säuregehalt entsprechend 2 cc  $\frac{1}{10}$  n. Na OH.

Die Lösung wurde in möglichst gleiche Theile getheilt und

Bottich a (untergährig) bei  $24^{\circ}$  mit 25 cc Nährsalz mit 6 l Unterhefe, von welcher 750 cc mit 750 cc Zuckerklösung abgetötet war, zur Gährung angestellt Freitag abend 6 Uhr.

Bottich b (obergährig) wurde bei  $23^{\circ}$  zu der gleichen Zeit in ganz derselben Weise mit Oberhefe angestellt.

## 27. März 1897.

a) Der untergährige Bottich hatte morgens 10 U.  $25^{\circ}$  und abends 6 U.  $24^{\circ}$ . Der Zuckergehalt betrug 2,0 g in 100 cc.

b) Der obergährige Bottich hatte morgens  $22^{\circ}$  und abends  $6\frac{1}{2}$  U. 21,5. Der Zuckergehalt betrug 5,32 g in 100 cc.

## 28. März 1897.

Bottich a. Temperatur  $21^{\circ}$ . Zuckergehalt 1,67 g in 100 cc.

Bottich b. Temperatur  $20^{\circ}$ . Zuckergehalt 5,32 g in 100 cc.

## 29. März 1897.

Bottich a hatte abends noch 1,6 g Zucker in 100 cc. Temperatur  $21^{\circ}$ .

Bottich b hatte noch 5,3 g Zucker in 100 cc. Auf weitere Beobachtungen desselben wurde verzichtet.

## 30. März 1897.

Der Gährbottich a hatte morgens  $10\frac{1}{2}$  Uhr auch noch 1,6 g Zucker in 100 cc. Es wurden deshalb zur Bestimmung des gewonnenen Alkohols 12 l zunächst auf 3,93 l von 7,5 Vol.-Proc. und diese nochmals auf genau 2 l von 15 Vol.-Proc. abdestillirt. Es berechnet sich hieraus, dass in ursprünglicher Maische 2,5 Vol.-Proc. sind und in den 375 l: 9,37 l.

Angewandt waren 194,4 k Spähne mit 15 Proc. Feuchtigkeit. Es berechnen sich auf 100 k Spähne 4,82 Vol.-Proc.

Es berechnet sich ferner, da von 6,67 g in 100 cc 1,6 g nicht vergohren waren, dass 24 Proc. des Zuckers unvergohren blieben.

Die 25 k Zucker der Maische sollten ergeben 12,5 k = 15,6 l abs. Alkohol. Sie haben ergeben 9,37 l, also genau gerechnet 60 Proc. der theoretischen Menge.

Von den 25 k sind 24 Proc., also 6 k, nicht vergohren, also 19 k vergohren. Diese sollten ergeben 9,5 k = 11,9 l abs. Alkohol, haben aber 9,37 l, also 78,7 Proc. der Theorie ergeben.

Pressrückstände von I. Kochung waren 85,5 mit 45 Proc. Wasser und in 100 cc Wasser 4,17 g Zucker berechnet, ergibt 38,5 k Wasser mit 1,61 k Zucker.

Pressrückstände von II. Kochung 107 k ergaben unter Zugrundelegung von 45 Proc. Wasser und 6,67 g Zucker in 100 cc 3,2 k Zucker.

Zucker in Summa aus den Rückständen also 4,8 k.

25,0 k Zucker : 9,37 l Alkohol = 4,8 k : x = 1,8 l abs. Alkohol.

Auf 194,4 k Spähne kommen also hinzu 1,8 l

Auf 100 k Spähne also 0,93 l. Treber 4,82. Zusammen aus 100 k Spähne (15 Proc. Feuchtigkeit) 5,75 l abs. Alkohol.

## Versuch No. 44 (30. März 1897).

Angewendet wurden 100 k Spähne mit 18,55 Proc. Feuchtigkeit. Diese wurden mit dem Wasser schon abends vorher in den Kocher gefüllt, um auszuproben, ob das vorherige Anfeuchten der Spähne vortheilhaft ist. Sie wurden mit 350 l Wasser und 1,75 k Schwefelsäure gekocht bei 9 Atm. 15 Minuten. Erhalten wurden 355 l von 5 g Zucker in 100 cc, also mit 17,75 k Zucker. Rückstände betragen 115 k. Der Säuregehalt der Lösung war in 10 cc entsprechend 14,5 cc  $\frac{1}{10}$  n. Na OH; nach dem Neutralisiren mit 4,44 k Kreide völlig neutral. Angestellt wurden in 2 gleichen Theilen mit je 5 l Unter- und Oberhefe. Zusatz zu jedem Bottich 1,5 l saure Milch und 30 cc Nährsalz. Der untergährige Bottich zeigte nach 4 Tagen noch einen Zuckergehalt von 1,33 in 100 cc. 12 l wurden abdestillirt auf 3,2 k = 3,235 l von 6,25 Vol.-Proc., also ist im Liter 0,0168 abs. Alkohol, also in 355 l = 5,98 abs. Alkohol, d. i. auf 100 k Holz mit 15 Proc. Wasser 6,24 l abs. Alkohol.

Aus den gefundenen Werthen berechnet sich

1. dass 25,8 Proc. des Zuckers nicht vergohren sind,  
2. dass 54 Proc. des theoretisch aus dem Gesammtzucker zu erhaltenen Alkohols gewonnen wurden (17,75 k sollen ergeben 8,88 k = 11,1 l abs. Alkohol);

3. dass 67,5 Proc. des theoretisch aus dem vergohrenen Zucker zu erhaltenen Alkohols gewonnen wurde (vergohrener Zucker 17,75—3,58 k = 14,17 k sollte ergeben 7,09 k = 8,86 l abs. Alkohol).

Der obergährige Bottich zeigte nach 4 Tagen noch einen Zuckergehalt von 1,38 g in 100 cc. Beim Abdestilliren von 12 l auf 3,3 l wurde ein Alkohol von 6,24 Vol.-Proc. erhalten.

Es ergeben sich also fast genau die gleichen Zahlen für diesen Bottich wie für den untergährigen.

## Versuch No. 45 (27. März 1897).

Angewendet wurden 100 k Spähne von 17,4 Proc. Feuchtigkeit. Diese wurden mit 300 l Wasser und 1,75 k Schwefelsäure so schnell als möglich auf 9 Atm. Druck gebracht, dann 15 Min. bei diesem Drucke gekocht und nachher der Dampf abgeblasen. Erhalten wurden 310 l von 5,5 g Zucker in 100 cc, also mit 17,05 k Zucker. Rückstände betragen 99 k. Der Säuregehalt der Lösung war in 10 cc entsprechend 21 cc  $\frac{1}{10}$  n. Na OH. Die Lösung wurde mit 4 k Kreide neutralisiert; hierauf war der Säuregehalt noch in 10 cc entsprechend 3,0 cc  $\frac{1}{10}$  n. Na OH. Die Lösung wurde in zwei gleichen Theilen und mit je 6 l Unter- und Oberhefe zur Gährung angestellt. Zu jedem Bottiche 30 cc Nährsalz. Der untergährige Bottich hatte nach 6 Tagen noch einen Zuckergehalt von 1,29 g in 100 cc. Die Maische zeigte beim Destilliren im Kleinen (12 literweis) einen Gehalt von 2,5 Vol.-Proc. also in 310 l Maische berechnet sich ein Alkoholgehalt von 7,75 l. (Eine Berechnung des Alkohols aus den Rückständen wurde hier nicht ausgeführt.)

# Tafel I.

## Einmalige Inversionen im grossen Autoclaven.

Anmerkungen

Versuch No.	Sphähnemenge	Feuchtigkeit	Flüssigkeitsmenge	Gesamte Menge		Gehalt der Flüssigkeit	Aut Sphähne berechnet	Pressstückstähne (mit etwa 45 Proc. Flüssigkeit)	Gewonnene Zuckerkristalle		Zuckermenge	Gesamte Zuckerkristalle	Alkoholgehalt der vergorenen	Flüssigkeit	Alkoholausbeute, als Proc. auf die theoretische Menge berechnet	Ausgewonnener Alkohol (abs.)	Sphähne aus 100 k
				Proc.	l				Proc.	cc							
1 1000	2500	k	Proc. etwa 25	1,3	0,52	684	2370	3,3	78,2	7,8	—	—	—	—	—	—	—
2 1000	- 25	2500	18	0,72	1,8	550	2260	4,5	101,7	10,2	—	—	—	—	—	—	—
3 1000	- 25	2500	18	0,72	1,8	624	1900	4,8	89,8	9,0	—	—	—	—	—	—	—
4 1000	- 25	2500	16	0,64	1,6	612	2000	5,0	100,0	10,0	—	—	—	—	—	—	—
5 500	- 25	1250	6,5	0,52	1,3	344	1125	3,7	41,6	8,3	—	—	—	—	—	—	—
6 500	- 25	1250	7	0,56	1,4	344	1055	5,0	52,7	10,5	—	—	—	—	—	—	—
7 500	- 25	1250	8	0,65	1,6	368	1030	3,9	40,2	8,0	—	—	—	—	—	—	—
8 500	- 25	1250	10	0,80	1,5	356	1060	5,0	53,0	10,6	—	—	—	—	—	—	—
9 600	- 25	1500	9	0,60	2,0	444	1400	5,5	77,0	12,8	—	—	—	—	—	—	—
10 1000	- 25	2500	16	0,64	1,6	612	2700	5,5	148,5	14,8	21,5	1,5	0,74	21,6	20,0	2,0	2,0
11 1000	- 25	2500	16	0,64	1,6	—	2050	5,0	102,5	10,2	24,5	0,5	1,46	46,7	30,0	3,0	2,7
12 1000	- 25	2500	16	0,64	1,6	—	2250	4,0	90,0	9,0	21,0	3,0	1,19	47,4	26,8	2,7	—
13 1000	- 25	2500	16	0,64	1,6	—	2000	5,0	100,0	10,0	21,0	3,0	—	—	—	—	—
14 1000	- 25	2500	16	0,64	1,6	—	2100	5,0	105,0	10,5	21,0	3,0	—	—	—	—	—
15 1000	- 25	2500	16	0,64	1,6	—	2000	5,0	100,0	10,0	21,0	3,0	—	—	—	—	—
16 1000	- 25	2500	16	0,64	1,6	—	1930	5,0	96,5	9,6	22,0	2,0	1,30	41,8	25,1	2,5	2,5
17 1000	- 25	2500	16	0,64	1,6	—	2000	5,0	100,0	10,0	20,0	2,5	1,32	43,1	26,4	2,6	2,6
18 1000	- 25	2500	16	0,64	1,6	—	2000	5,0	100,0	10,0	22,0	3,0	1,25	40,6	25,0	2,5	2,5
19 1000	- 25	2500	16	0,64	1,6	—	2300	5,2	119,6	11,9	20,0	4,0	1,10	33,8	25,3	2,5	2,5
20 1000	- 25	2500	16	0,64	1,6	—	2100	5,5	115,3	11,5	22,0	3,0	1,35	39,3	28,3	2,8	2,8

Tabelle II.  
Zweimalige Inversionen im grossen Autoclaven.

Ver such No.	Spähnemenge	Feuchtigkeit	Flüssigkeitsmenge	Ges. Menge	Gehalt der Flüssig- keit	Aufl Spähne bei- rechnet	Proz. Flüssigkeit mit reechnet	Gewonne ne Zuckerk- aushöhung	Zuckergehalt dersehden	Ges. Zuckermenge	zur Spähne berechnete	zur Spähne berechnete	10 cc = cc 1/10 n. Na OH	Sti uregrad
21 a	Proc. k	l	Proc. k	0,64	1,6	381	1100	5,5	60,5	12,1	—	—	—	—
b	350	25	1250	8	0	—	—	—	70,1	8,2	—	—	—	—
22 a	513	18,2	1150	10	0,8	1,9	—	1420	6,3	89,4	17,4	—	—	—
b	507	21,3	1420	3	0,9	1,3	—	1620	8,4	46,137,0	13,4	23,5	4,5	71,9
23 a	515	19,8	1150	10	0,8	1,9	516	1450	6,16	89,3	17,3	22,5	—	—
b	514	21,0	1450	3	0,9	1,3	—	1650	7,8	128,7	12,1	22,0	2,8	56,0
24 a	515	21,7	1800	12,5	0,67	2,4	573	2120	3,8	80,9	15,7	23,0	1,5	{61,0
b	514	21,8	2120	2,5	0,8	1,5	652	2300	5,68	130,6	12,5	23,0	—	39,0
														0,7
														20,0
														50,0
														8,0
														1,5
														38,2
														60,2
														15,3
														3,0

## Anmerkungen

Hieraus berechnet sich (d. h. aus sämmtlichen gefundenen Werthen):

1. dass 23,5 Proc. des Zuckers nicht vergoren sind,

2. dass 72 Proc. des theoretisch aus dem Ge sammtzucker zu erhaltenden Alkohols gewonnen wurden (17,05 k Zucker sollten ergeben 8,52 k gleich 10,65 l abs. Alkohol),

3. dass 95 Proc. des theoretisch aus dem vergorenen Zucker berechneten Alkohols erhalten wurden (vergorener Zucker 13,04 (17,05 — 4,01) sollte ergeben 6,2 k = 8,15 l abs. Alkohol).

Der obergährige Bottich zeigte nach 6 Tagen eine schlechte Vergärung und die Alkoholausbeute aus 100 k Spähnen betrug nur 1,2 l.

(Schluss folgt.)

## Elektrochemie.

Zur Herstellung von Metallen und Carbiden will H. Aschermann (D.R.P. No. 99 342) das Verfahren der Pat. 93 744 und 94 405 (d. Z. 1897, 734 und 697) dahin ändern, dass man ein Oxyd und ein Sulfid, deren Basis verschiedene Affinität zu Kohlenstoff hat, mit Kohle versetzt der elektrischen Erhitzung unterwirft. Behandelt man z. B. ein aus ungefähr den theoretischen Mengen hergestelltes Gemisch von Schwefelkies mit Kalk und Koks im gewöhnlichen elektrischen Ofen, so erhält man einerseits metallisches Eisen, andererseits Calciumcarbid, welches ein so reines Acetylen liefert, wie das in üblicher Weise bereitete Calciumcarbid, während der Stromaufwand mindestens 40 Proc. geringer ist, und ferner auch der Ofen continuirlich betrieben werden kann, da die Schmelze sich leicht abstechen lässt.

Darstellung von Condensationsproducten aus Formaldehyd und aromatischen Nitrokörpern vermittels des elektrischen Stromes. Unterwirft man nach W. Löb (D.R.P. No. 99 312) aromatische Nitrokörper in concentrirter Schwefelsäure unter Zusatz aromatischer Aldehyde der reducirenden Wirkung des elektrischen Stromes, so gelangt man zu Condensationsproducten des Phenylhydroxylamins und des Aldehyds, während Wasser austritt. Ersetzt man dabei den Benzaldehyd durch Formaldehyd, so entstehen zersetzbare und nur schwer fassbare Producte. Man gelangt jedoch zu brauchbaren Condensationsproducten, wenn man eine Lösung des Nitrokörpers, am besten in Alkohol, mit Formaldehyd unter Zusatz einer Säure kathodisch elektrolysiert. Die entstandenen Producte sind von denjenigen des Pat. 96 564 dadurch unterschieden, dass der Formaldehyd zur Nitrogruppe in Para-