

Gewinnung der organischen Stoffe der Tangarten. Nach A. Krefting (D.R.P. No. 101 484) hat sich bei Ausführung des Patentes 95 185 gezeigt, dass die Kosten für die Säure erspart werden können, wenn man die Lösung des Tangs, anstatt dieselbe mit einer Säure zu versetzen, der Einwirkung des elektrischen Stromes aussetzt. Die organischen Stoffe schlagen sich an dem positiven Pole nieder und können leicht von der Anode mechanisch entfernt werden, während das gleichzeitig gebildete Alkalimetall in bekannter Weise entzogen werden kann, beispielsweise durch Verwendung von Quecksilber als Kathode. In dieser Weise kann die Alkalilösung, welche zum Lösen des Tangs oder der Tangsäure erforderlich ist, regeneriert werden.

Anstatt die Tanglösung allein zu elektrolysiern, kann dieselbe mit verschiedenen Salzen versetzt werden, um den elektrischen Widerstand der Lösung zu verringern. Wenn beispielsweise Natriumsulfat zu der Tanglösung hinzugefügt ist, so zersetzt der elektrische Strom das Salz derartig, dass Schwefelsäure an der Anode und metallisches Natrium an der Kathode gebildet wird. Die erhaltene Schwefelsäure fällt dann die organischen Substanzen aus der Lösung aus. Man kann auch die Lösung des Tangs mit Chloriden versetzen, wodurch gleichfalls der elektrische Widerstand der Lösung verringert wird, während zugleich eine Bleichung der niedergeschlagenen organischen Substanzen erreicht wird. Das an der Anode gebildete Chlor veranlasst die Bleichung der niedergeschlagenen organischen Stoffe.

Über die erste Production von Calciumcarbid und Acetylen in den Vereinigten Staaten macht F. P. Venable (Am. Iron 1898, 875) Mittheilung. Um möglicherweise ein stark positives Reductionsmittel für Aluminiumdarstellung zu erhalten, erhitzte Willson Kalk mit Theer und dergl. in einem Schmelzofen. Eine harte, krystallinische Masse, die mit Wasser heftig Gas entwickelte, war das Resultat. Verf. untersuchte dasselbe und fand Acetylen. Diese Versuche wurden im Frühjahr 1893 ange stellt. Ein Jahr später war das neue Beleuchtungsmittel eingeführt. T. B.

#### Brennstoffe, Feuerungen.

Verfahren der trockenen Destillation des Holzes von M. Waisbein (Organ des südrussischen Technologenvereins 1898, 32). Die bei der trockenen Destillation des Holzes nach dem herrschenden

Verfahren erhaltene Ausbeute der Destillationsprodukte ist nicht so gross wie die mögliche Ausbeute, weil ein Theil der sich schon gebildeten Destillationsprodukte dank den grossen Temperaturunterschieden an den verschiedenen Theilen der Retorte wieder zersetzt wird. Verf. stellte, um diesen schädlichen Einflüssen möglichst zu begegnen, bereits 1891 als Student unter der Leitung des Prof. A. Lidow Versuche an, indem er durch die Retorte mit dem Destillationsgute einen Strom von Leuchtgas leitete. Das Leuchtgas trat unter einem gewissen Drucke in die Retorte und bewirkte, dass die schon entstandenen Producte schneller dem Kreise der hohen Temperatur entrissen wurden (analog den Wirkungen des von Schapiro beschriebenen Ventilators und des von A. Schmidt vorgeschlagenen Injectors). Die hierbei erzielten Resultate waren zwar günstiger als die vom Verf. bei der Destillation nach dem alten Verfahren erhaltenen, aber die Zersetzung der schon gebildeten Destillationsprodukte konnte nur zum Theil verhindert werden. Verf. entschloss sich deshalb, die Wärmequelle dem Destillationsgute nicht durch die Retortenwände zuzuführen, sondern sie direct mit dem Destillationsgute in Berührung zu bringen. Zu dem Zwecke stellte derselbe Versuche mit heißen Gasen an, wobei er aus Rücksicht auf Billigkeit und Einfachheit der Darstellung zu seinen Versuchen Generatorgas wählte. (Die Idee, sich der Hitze der heißen Gase zu bedienen, indem man dieselben in Berührung mit dem Destillationsgute zur Zersetzung desselben bringt, war zuerst von Schwarz in seinem Ofen angewendet worden. Violetta schlug vor, die Destillation in der Atmosphäre des überhitzten Dampfes durchzuführen. Weiss und Gütler schlugen vor, die Zersetzung des Holzes in einer Atmosphäre von heißen Gasen unter Erwärmung der Retorte von Aussen zu bewirken. 1892 entwarf Verf. ein Project zur Zersetzung von Sägespänen in der Atmosphäre der Generatorgase. 1894 patentierte Gütler einen Apparat zur speciellen Darstellung von Kohle für Pulver, wobei die äussere Heizung der Retorte aufgegeben war.)

Da die Temperatur des Generatorgases vor dem Eintritt desselben in die Retorte zwischen gewissen Grenzen regulirt werden kann, so war es möglich, den Eintrittsgasen annähernd die gewünschte Temperatur zu geben. Bis  $150^{\circ}$  findet noch keine Zersetzung des Holzes statt, es entweicht nur das hygro skopische Wasser. Bei  $150^{\circ}$  beginnt sich die Holzmasse zu zersetzen.  $150$  bis  $280^{\circ}$  bilden sich vornehmlich Sauerstoffverbindun-

gen — Säuren und Alkohole. 280 bis 350° erfolgt vornehmlich die Bildung von gasartigen Kohlenwasserstoffen. Endlich bilden sich zwischen 350 bis 430° die theerartigen Producte.

Da man es in der Hand hat, die Temperatur des Generatorgases in gewissen Grenzen vor dem Eintritt desselben in die Retorte zu reguliren, so kann man die ganze Destillation fractionsweise durchführen, d. h. erst das hygrokopische Wasser (bis 150°), dann (150 bis 180°) die Sauerstoffverbindungen und endlich am Schlusse der Destillation die Theerproducte übertreiben, was bei äusserer Heizung nicht erreicht werden kann.

Die heissen Gase strichen durch die Retorte, trockneten das Holz und traten mit Wasserdämpfen bereichert in die Kühlslange K, wo sich die Wasserdämpfe verdichteten und durch das Sammelgefäß M in die Vorlage N flossen, die abgekühlten Gase dagegen wurden durch den Ventilator entfernt. Nachdem das Holz auf diesem Wege getrocknet, wurde der Schieber D und der Hahn E so weit geöffnet, dass das Gas mit einer Temperatur von etwa 280° in die Retorte trat, und die Sauerstoffverbindungen separat aufgefangen. Darauf wurde Schieber D und Hahn E ganz geöffnet, die Temperatur der Gase stieg bis 430°, wobei die Theerproducte überdestillirten.

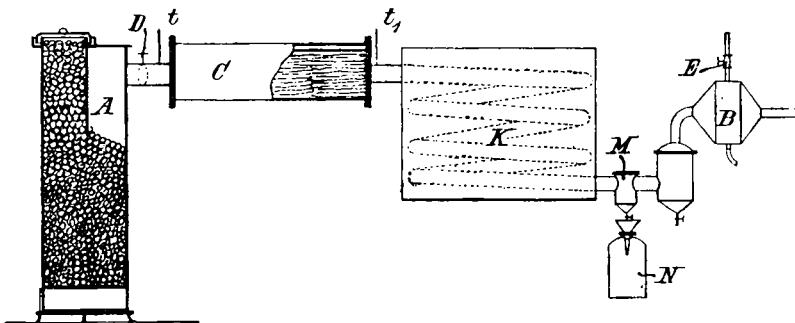


Fig. 36.

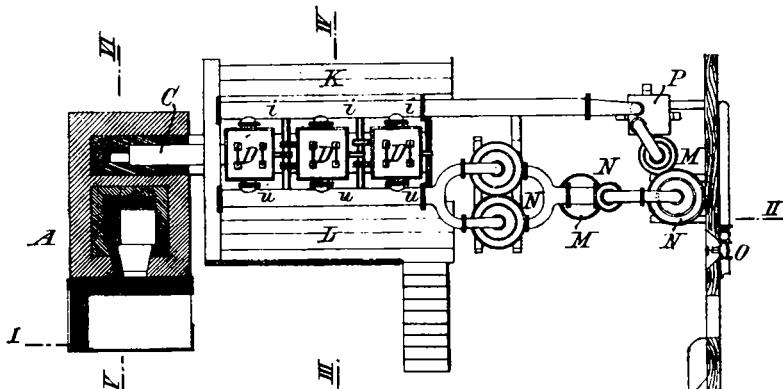


Fig. 37.

1895 stellte Verf. Versuche mit einem kleinen eigens für diesen Zweck construirten Ofen A (Fig. 36) zur Darstellung von Generatorgas (aus Holzkohle) an. Das Generatorgas wurde mit Hülfe des Ventilators B, welcher durch Wasserdruk in Bewegung gesetzt wurde, durch die mit dem Destillationsgute gefüllte Retorte C gesogen. Die Arbeit mit dem System wurde folgendermaassen ausgeführt: Nachdem die Retorte gefüllt war, öffnete man den Schieber D und den Hahn E (letzterer führte das Wasser aus dem Wasserreservoir in den Ventilator) so weit, als es nötig war, um die Temperatur der Eintrittsgase bis auf 150° zu bringen; die Temperatur wurde an dem Thermometer t beobachtet.

Die Resultate dieser Versuche waren folgende: Bei Destillation von Birkenholz, welches 15 Proc. hygrokopisches Wasser enthielt, wurde im Mittel erhalten: Wasser etwa 27 Proc., Holzessig etwa 50 Proc. vom spec. Gew. 1,0620 mit einem Gehalt von 21,8 Proc. Essigsäure, was auf das Gewicht des verwendeten Holzes berechnet 10,9 Proc. ausmacht; ferner 1,2 Proc. Holzspiritus. Kohle wurde im Mittel 31 Proc. erhalten; alles bezogen auf das Gewicht des verwendeten Holzes.

Bei der Destillation von Fichtenholz, wurden annähernd dieselben Mengen Kohle und Holzessig erhalten, jedoch war der Gehalt an Essigsäure in letzterem nur 12,9 Proc.,

oder auf das Gewicht des Holzes berechnet 6,45 Proc.; Methylalkohol resultirte 1,4 Proc.

Um die oben angeführten im kleinen Maassstabe ausgeführten Versuche zu controliren, wurde 1897 in St. Petersburg eine Versuchsfabrik gegründet. In Fig. 37 bedeutet *A* den Generator; das Brennmaterial

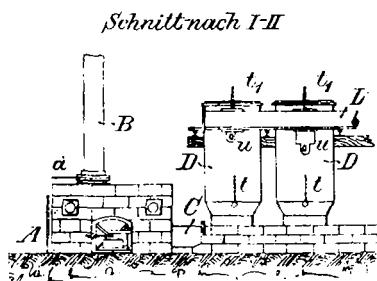


Fig. 38.

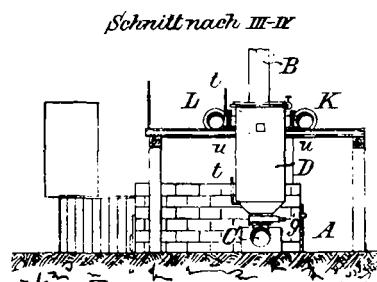


Fig. 39.

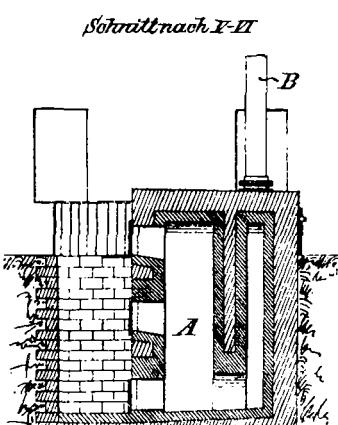


Fig. 40.

wurde durch die oben angebrachte Thür gegeben, wo auch die zum Brennen nöthige Luft eintrat. *B* ist der Schornstein, welcher jedoch nur zum Entzünden des Brennmaterials diente und vor Beginn der Destillation durch den Schieber *a* geschlossen wurde; *C* das aus dem Generator in die Retorte *D* führende Gasrohr.

Aus der Retorte traten die Gase und die gebildeten Producte in die Rohre *K* oder *Z*, je nachdem der Schieber *i* oder *u* geöffnet

wurde. Die heissen Gase sowie die gasförmigen Destillationsproducte, welche in das Rohr *Z* eintraten, gingen in die Kühler *N*. Hier condensirten sich die Destillationsproducte und gelangten in die Vorlage *M*, während die Gase in den Bottich *P* traten und von da durch den Körting'schen Apparat *Q* ausgepumpt wurden; letzterer Apparat besorgte auch zugleich den Zug in dem ganzen Systeme. Die Temperatur der in die Retorte ein- und austretenden Gase wurde an Thermometern *t*, *t<sub>1</sub>* beobachtet.

Im Anfange der Versuche stellte es sich heraus, dass einige Fehler in der Wahl der Apparate gemacht worden waren, welche jedoch auch während der Versuche nicht richtig gestellt wurden. Es erwies sich 1., dass die Temperatur der Generatorgase beim Eintritt in die Retorte eine zu hohe war, 2. dass die Kühloberfläche der Kühler zu klein genommen und somit die Destillationsproducte nicht genügend gekühlt werden konnten. Ferner war die Querschnittsform der Retorte nicht entsprechend gewählt.

Die Versuche im Grossen wurden analog den oben angeführten Versuchen ausgeführt.

In Folge der bei der Arbeit sich herausstellenden Übelstände konnte die Temperatur der Eintrittsgase nicht in dem Maasse regulirt werden, als es wünschenswerth war. Wollte man die Temperatur der Eintrittsgase etwa bei 280° haben, so durfte man die Schraubenschieber *g* nur wenig (5 Drehungen von 35°) öffnen, wobei dann die Destillation ungemein viel Zeit in Anspruch nahm. Wurden dagegen die Schieber ganz geöffnet, so brauchte man zur Destillation zwar nur 45 bis 55 Minuten, aber die Temperatur stieg dabei weit über 280° und man erhielt in dem resultirenden Condensat auch einen Theil der Theerproducte.

Der am 20. April 1898 im Beisein der Prof. der technologischen und Bergcorps-Institute ausgeführte Versuch gab folgende Resultate: die Destillation dauerte 55 Minuten. Die bei der Destillation von Birkenholz erhaltenen Producte ergaben 95,5 Proc. der theoretischen Ausbeute, wobei dank dem oben angedeuteten Übelstande die Kühlung der Destillationsproducte keine genügende war, was auch daraus zu ersehen, dass die Enden der Kühlslangen heiß wurden. Die in den Laboratorien des technologischen Instituts und des Prof. Poehl ausgeführten Analysen ergaben (s. umstehend):

Die Ausbeute an Methylalkohol konnte nicht ermittelt werden, da letzterer dank der geringen Kühlüberfläche der Schlangen sich fast vollständig verflüchtigt hatte.

	Analysen ausgeführt im Laboratorium	
	des technol. Instituts Proc.	Prof. Poehl's Proc.
Gehalt an Theer	7,2	
Gehalt an Essigsäure nach Scheurer-Kestner	8,36	8,27
Ausbeute an Rohessigpulver <sup>1)</sup>	20,9	25,32
Gehalt des reinen essigsauren Kalks in dem erhaltenen Pulver nach Fresenius <sup>2)</sup>	37,7	33,56
Gehalt an freier Essigsäure <sup>3)</sup>	5,97	

Die erhaltene Kohle wurde von Fachleuten als vorzüglich für metallurgische Zwecke befunden.

F. Boetz.

Zur Herstellung einer Zündmasse für Zündhölzer wollen H. Sévène und E. D. Cahen (D.R.P. No. 101736) Schwefelphosphor,  $P_4 S_3$  verwenden; z. B.:

Schwefelphosphor $P_4 S_3$	90 Th.
Kaliumchlorat	200
Eisenperoxyd	110
Zinkweiss	70
Glaspulver	140
Leim	100
Wasser	290

Zur Herstellung von Magnesium-Blitzlichtpulvern wollen J. Schwarz und W. Knauer (D.R.P. No. 101528) gepulvertes Magnesium mit unverbrennlichen Stoffen mischen; z. B.:

1. 1 Th. Magnesium, 1 Th. Borsäure;
2. 1 Th. Magnesium, 1 Th. Kieselsäure,
3. 1 Th. Magnesium,  $\frac{1}{2}$  Th. Borsäure,  
 $\frac{1}{2}$  Th. Kieselsäure.

Sie verbrennen blitzartig schnell unter äusserst schwacher Entwicklung dünnen Rauches.

Magnesium-Blitzlichtlampe, von P. Boyer (D.R.P. No. 100710), gekennzeichnet durch eine runde Scheibe, die eine Reihe von Magnesiumpulvergefäßsen besitzt und unter der Einwirkung eines Uhrwerkes steht, das bestrebt ist, sie um ihre Achse zu drehen, wobei die Drehung der Scheibe für gewöhnlich durch ein Gesperre verhindert wird, in Verbindung mit einer fernwirkenden

<sup>1)</sup> Das Essigpulver wurde erhalten durch Neutralisation des Holzessigs mit Kreide.

<sup>2)</sup> Essigpulver erhalten durch Neutralisation mit Kalkmilch.

<sup>3)</sup> Gefunden aus dem Quantum des reinen Salzes, erhalten aus Holzessig bei der Neutralisation mit Kreide.

Klinkenvorrichtung, die gestattet, die Scheibe um der Entfernung der Magnesiumpulvergefäßsen entsprechende Theile zu drehen.

**Blitzlichtpulver.** A. Weiss (D.R.P. No. 101735) empfiehlt Gemische aus Aluminium und Kaliumchlorat. Die Mischung des gepulverten Aluminiums und Kaliumperchlorats erfolgt in üblicher Weise, während das Mischungsverhältniss in weiten Grenzen schwankt und nach dem Zweck im einzelnen Falle zu bemessen ist, d. h. davon abhängt, ob man eine mässig schnelle, schnelle oder sehr schnelle Verbrennung erzielen und die Rauchentwicklung mehr oder weniger ausschliessen will. Es hat sich gezeigt, dass Mischungen von etwa 85 Th. Kaliumperchlorat mit 15 Th. Aluminium und von 40 Th. Kaliumperchlorat mit 60 Th. Aluminium noch brauchbare Resultate liefern, so dass alle zwischen diesen Grenzen liegenden Mischungen aus von 85 bis auf 40 abnehmenden Theilen Kaliumperchlorat mit entsprechend von 15 bis zu 60 zunehmenden Theilen Aluminium als für photographische Zwecke im Allgemeinen geeignet zu bezeichnen sind. Ein Mischungsverhältniss, bei dem sich für die Schnelligkeit der Verbrennung und die dabei entwickelte Rauchmenge gleichzeitig mittlere Werthe ergeben, ist z. B. 60 Th. Kaliumperchlorat auf 40 Th. Aluminium.

### Hüttenwesen.

**Herstellung dunkler Metallüberzüge auf Aluminium.** Nach G. Weil und A. Levy (D.R.P. No. 100889) wird der Aluminiumgegenstand mit einer alkalischen Metalllösung, z. B. einer ammoniakalischen Nickel- oder Cobaltlösung, mit oder ohne Zusatz von Cyaniden und Schwefelcyanalkaliverbindungen behandelt, wobei sich unter Lösung von Aluminium eine entsprechende Menge von Nickel oder Cobalt auf dem Aluminiumgegenstand niederschlägt. Auch kann die Lösung als Elektrolyt benutzt werden, wobei dann der Aluminiumgegenstand die Kathode bildet.

**Eisen-Siliciumlegirungen** mit 25 bis 50 Proc. Silicium enthalten nach G. de Chalmot (J. Amer. 21, 59) zwei gut charakterisierte chemische Verbindungen von Eisen und Silicium, a)  $Fe_3 Si$ , mit 25 Proc. Si und b)  $Fe Si$ , mit 50 Proc. Silicium. Verbindung a) scheidet sich aus Legirungen mit 26 bis 28 Proc. Si in gut ausgebildeten vierflächigen Krystallen ab. Zur Isolirung von Verbindung b) benutzt Verf. die Eigenschaft von Siliciden, dass sie um so leichter von Säuren