

Zeitschrift für angewandte Chemie.

1900. Heft 31.

Die elektrochemischen Einrichtungen des Chemisch-Technischen Instituts der Technischen Hochschule Karlsruhe i. B.

Von Prof. F. Haber.

Die wachsende Bedeutung der Elektrochemie in wissenschaftlicher wie in technischer Beziehung hat den Director des chemisch-technischen Instituts, Geh. Hofrat Prof. Dr. H. Bunte, schon seit längerer Zeit veranlaßt, diesen Gegenstand im Unterrichte zu pflegen und entsprechende Einrichtungen vorzusehen. Bauliche Erweiterungen des Instituts, die in jüngster Zeit vorgenommen sind, haben diese Einrichtungen zu einem gewissen Abschluss gelangen lassen, so dass sie gestatten, eine grössere Anzahl Studirender mit der Elektrochemie im Rahmen eines Specialzweiges der chemischen Technologie vertraut zu machen, während gleichzeitig Vorsorge getroffen ist, einer kleineren Anzahl die Ausführung selbständiger Arbeiten, auch solcher von mehr wissenschaftlichem Interesse, zu ermöglichen. Eine kurze Beschreibung des Ganzen dürfte den Fachgenossen von Interesse sein.

Die allgemeine Disposition des chemisch-technischen Instituts ist aus Fig. 1 zu entnehmen, welche das Erdgeschoss darstellt. Das Gebäude gliedert sich in zwei Theile, den älteren Hauptbau, der Zwecken des Unterrichts und der Forschung dient, und den neuen Anbau, welcher für die Arbeiten der Grossh. Bad. Chemisch-Technischen Prüfungs- und Versuchsanstalt bestimmt ist. Das Erdgeschoss ist sehr hoch gelegt, so dass in dem darunter befindlichen Keller- geschoss die Unterkante der Fenster noch 40 cm über dem gewachsenen Boden liegt und die Räume dieses tieferen Stockwerkes zur Ausführung von Arbeiten und Abhaltung von Übungen wohl geeignet sind. Das Kellergeschoss ist in gleicher Weise wie das Erdgeschoss in zwei Gruppen von Räumen getheilt, die dem chemisch-technischen Institut bez. der Versuchsanstalt zugewiesen sind. Ihre bauliche Anordnung weist dieselben Verhältnisse auf, welche für das Erdgeschoss durch Fig. 1 dargestellt werden. Hauptbau und Seitenbau stehen durch ein Dienerzimmer mit Spülraum mit einander in Verbindung. Dem Sprechzimmer des Director.

tors und seinem Privatlaboratorium entspricht im tieferen Geschoss der Bombenraum, der Säurekeller und ein Übungsraum für den Unterricht in der Färberei und dem Zeugdruck. Unter dem Waagen- und Handbibliotheksraum steht im Keller der Gas- motor und eine von ihm angetriebene Dynamomaschine, deren Bedienung durch die Assistenten und durch ältere Studirende erfolgt. Der Rest der im Hauptbau gelegenen Zimmer

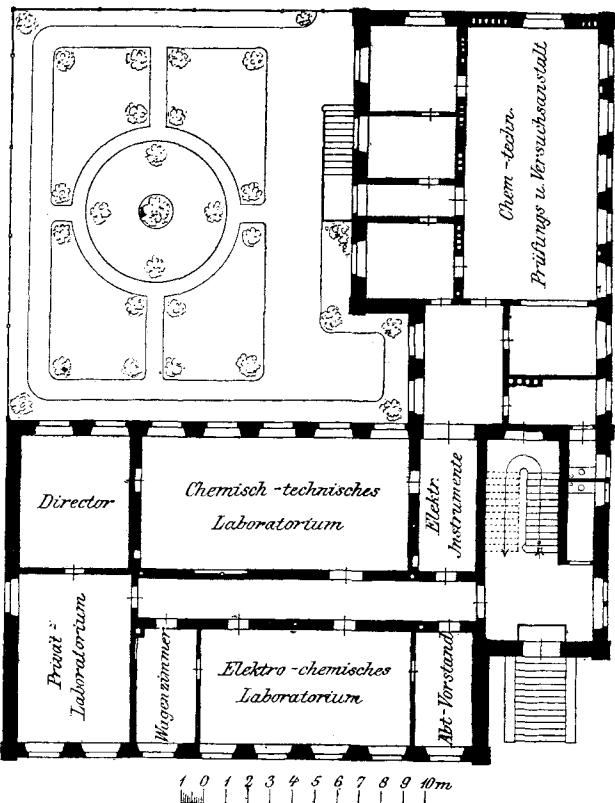


Fig. 1.

dieses Untergeschosses ist für die Abhaltung elektrochemischer und pyrochemischer Übungen und für die Aufbewahrung von Glassvorräthen in Verwendung. Auch hat dort eine grössere Accumulatorenbatterie Gelnhauser Systems (160 Amp.-St. bei vierstündiger Entladung) Aufstellung gefunden.

Über dem Erdgeschoss liegt ein zweites Stockwerk, welches in seiner vollen Ausdehnung zu Unterrichtszwecken benutzt wird. Über den Räumen, welche in den tieferen

Geschlossen den Arbeiten der Grossh. Bad. Chemisch-Technischen Versuchsanstalt dienen, befindet sich die ausgedehnte chemisch-technologische Sammlung, über dem chemisch-technischen Laboratorium der Hörsaal, während die übrigen Räume dem Unterricht in Photometrie, Gasanalyse und speciellen chemisch-technischen Untersuchungsmethoden gewidmet sind. Das Dachgeschoss schliesslich enthält zwei Zimmer für Untersuchungen auf dem Gebiete der Gaschemie und daneben Speicherräume, in denen ausser Anderem die an 600 Nummern zählende Institutssammlung von Demonstrationswandkarten für die chemisch-technischen Vorlesungen untergebracht ist.

Widerstände versehen ist. Die Messinstrumente sind auf Eichenholzbretter, die Widerstände auf Leisten montirt, in welche Ösen eingelassen sind. Ein solcher Rheostat (Schuckert'scher Anlasswiderstand mit abgeänderter Bespulung) und ein Ampèremeter sind in der Zeichnung einpunktirt. Zur Aufbewahrung der Widerstände und dieser Messinstrumente dient ein Schrank, welcher mit Führungsnuuten versehen ist, so dass die Stücke neben einander an bestimmte Stellen eingeschoben werden. Der Aufsatz ist tannen, die Tischplatte aus Eichenholz und mit Quecksilberrinne versehen. Der Tischuntersatz ist gemäss dem Wunsche aufgebaut, den grösseren Schubkastenraum zur Ver-

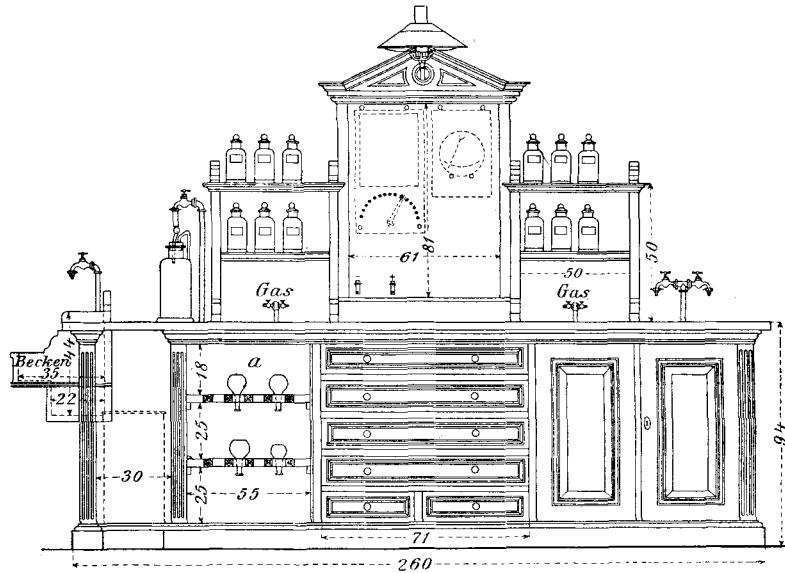


Fig. 2.

Die innere Einrichtung des Laboratoriums hält sich, von den elektrochemischen Arbeitsräumen abgesehen, im Wesentlichen in dem Rahmen des bekannten und erprobten. Die Sonderart des elektrochemischen Arbeitens hat aber Anlass zu einigen Neuerungen gegeben, die in der Ausstattung der bezüglichen Räume zur Anwendung gelangt sind. Hier sind zunächst die elektrochemischen Arbeitstische zu nennen, deren Gliederung aus Fig. 2 ersichtlich ist. Der Aufsatz ist bei diesen Tischen in Rücksicht auf den Wunsch gestaltet, stationären Vorrichtungen für die Aufstellung von Reagentien, sowie für die Anbringung der üblichen dosenförmigen Ableseinstrumente (Voltmeter und Ampèremeter) und für die Befestigung von Widerständen Raum zu geben. Deshalb befindet sich zwischen den $\frac{1}{2}$ m breiten Reagensgestellen die Schalttafel, welche mit Stiften zur Aufhängung der Messinstrumente und

fügung zu haben, welcher durch den Bedarf an Werkzeug, Klemmen, Blechen geboten ist, die neben den üblichen chemischen Utensilien dem Elektrochemiker zur Hand sein müssen. Durch den Wegfall der Schublade über dem zweithürigen Schrank wird dieser höher und die Hantirung der Geräthe darin bequemer. Der Raum a, dessen Thür in der Fig. 2 weggelassen ist, stellt einen dreifach gefirnißten Kasten dar, dessen Boden allseitiges Gefälle nach einem Punkte hin hat, von welchem ein Bleiröhrchen zu den Entwässerungsrohren des Instituts führt. Dieser Kasten enthält zwei Gitter aus in einander vernuteten Holzleisten von 22 mm quadratischem Querschnitt. Die Gitteröffnungen messen 6,5:6,5 bez. 4,5:4,5 cm. Eines derselben ist seitlich besonders herausgezeichnet (Fig. 3). Diese Gitter liegen in dem Kasten lose auf seitlichen Leisten auf. Sie dienen dazu, gespülte Gefäße nass mit der

Mündung nach unten einzuhängen. Diese trocknen in dem Kasten rasch und staubfrei. Die lose Auflage der Gitter erlaubt unter Anheben des oberen in das untere auch solche Geräthschaften einzusetzen, deren

von oben gesehen

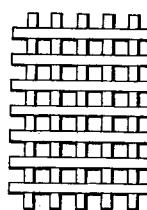


Fig. 8.

sperrige Form oder deren Dimensionen bei festen Gittern ein Einbringen zwischen ihnen verhindern würde. Links von diesem Kasten ist noch der Abwurfkasten punktirt ein getragen. Auf der Tischplatte links sieht man das Wasserstrahlgebläse, rechts zwei Wasserhähne und an der Schalttafel die Stromabnahmeklemmen. Die untersten Schubladen sind bei den 1,4 m breiten Doppeltischen durchlaufend. Gas-, Wasser- und Electricitätsleitungen liegen bei Doppeltischen zwischen diesen, bei Einzeltischen zwischen Tischhinterwand und Zimmerwand in einem durchgehenden, dafür ausgespartem Hohlräum unterhalb der Tischplatte.

verlöthet und ein Gruppenschalter erlaubt, die Batterie nach Bedarf mit 12, 24, 36, 72 Volt Spannung zu verwenden.

Von beiden Stromkreisen völlig unabhängig empfangen die eigentlichen elektrochemischen Arbeitsplätze ihren Strom durch einen dritten Leiterkreis, in welchem eine Batterie von 36 Zellen mit 36 Amp.-St. Kapazität (Actiengesellsch. für Accumulatorenfabrikation in Hagen) bei dreistündiger Entladung als Stromquelle dient. Die Sammler dieser Batterie sind nicht an einem Punkte aufgestellt, sondern je sechs Zellen bilden eine Gruppe und jede dieser Gruppen steht an einer anderen Stelle in einem besonderen Kasten. In dem Arbeitsraum (Fig. 4) befinden sich drei solcher Kästen, je einer in jedem der drei Hufeisen, welche die Tische freilassen und zwar unter dem fortlaufenden Fensterbrett, gegen welches die Arbeitstische an der Fensterseite anstoßen. Diese Kästen sind von Holz, besitzen eine leicht entfernbarer Vorderwand und eine gläserne Rückwand, so dass die Sammler, die darin auf-

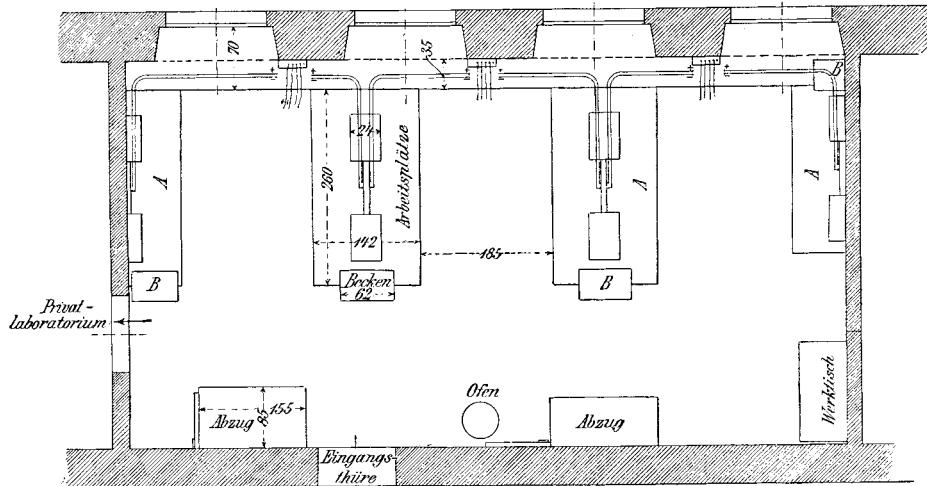


Fig. 4.

Eine besondere Beschreibung dürfte noch das System der Stromvertheilung erfordern. Die eingangs erwähnte grosse Batterie von 160 Amp.-St. bei vierstündiger Entladung versorgt zwei gesonderte Stromkreise. Der eine ist sehr kurz, liegt ausschliesslich im Kellergeschoss und seine Leitungen sind auf 300 Amp. Stromentnahme berechnet. Der andere zieht durch das ganze Haus und erlaubt Ströme bis 20 Amp. abzunehmen. Zwei Abnahmestellen dieses Kreises sind in Fig. 4, welche den elektrochemischen Arbeitsraum des Erdgeschosses darstellt, neben den beiden Abzügen zu erkennen. Die 36 Zellen der Batterie sind zu sechs hintereinander

Linoleumunterlagen stehen, durchleuchtet werden können. Die Sammler haben zum Schutze des Holzkastens gegen verspritzende Schwefelsäure ausser den üblichen Glasplatten noch zusammenhängende Glasdecken über sich. Ihre Aufstellung innerhalb des Kastens zeigt Fig. 5, in welcher an dem Beispiel zweier solcher Zellgruppen auch die Stromführung zu und von den Zellen kenntlich gemacht ist. Zu jeder Zellgruppe gehört ein kleines Schaltkästchen, deren drei in Fig. 4 an den Fenstersäulen sichtbar sind. Die fünf Punkte versinnlichen fünf Anschlussklemmen, wie Fig. 5 des näheren erkennen lässt.

Zum Zwecke der Ladung werden alle diese Sondergruppen hintereinander geschaltet. Zu jeder anderen Zeit stellt die einzelne Gruppe einen völlig selbständigen Stromgeber dar, dessen Benutzung den Praktikanten zugewiesen ist, welche die benachbarten Plätze einnehmen.

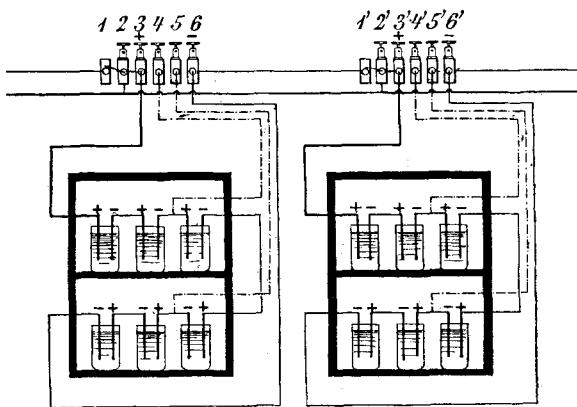


Fig. 5.

Die Betrachtung von Fig. 5 lehrt, dass je nach Belieben 4, 8 oder 12 Volt, die beiden kleineren Spannungen allerdings nur unter Verzicht auf die gleichförmige Inanspruchnahme aller Zellen der Gruppe, benutzt werden können. Es führen nämlich nach dem folgenden Schema

a I II b III IV c V VI d
die Ableitungen a, b, c, d von den hintereinander verlötheten Sammlern jeder Gruppe zu den Contactsicherungen und Klemmen 3, 4, 5, 6 (Fig. 5), von welchen Strom abgenommen werden kann. Diese Contactsicherungen, von denen Fig. 6 eine einzeln darstellt, sind von der bekannten Construction der Allgemeinen Elektricitäts-gesellschaft in Berlin.

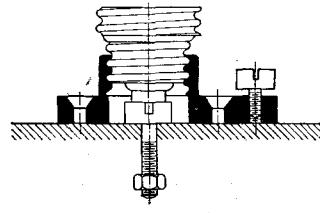


Fig. 6.

Für die Benutzung der Zellgruppe als selbständigen Stromgeber unterbleibt die Einsetzung solcher Contactsicherungen bei 1 und 2. Die Einsetzung von 1 schaltet jede Zellgruppe hinter die vorangehende; indem sie bei allen Gruppen erfolgt, werden diese zu einer einzigen Batterie von 72 Volt vereinigt, wie dies zwecks Ladung erforderlich ist.

Einem Specialzweck dient die Contact-sicherung und Klemme bei 2. Diese Siche-

rung wird nur für den einen Fall eingesetzt, dass mehr als 12 Volt an einer Stelle dieses Stromkreises abgenommen werden sollen. Bei der räumlichen Trennung der Zellgruppen würde dies das umständliche Aufspannen einer fliegenden Leitung erfordern, wenn nicht gerade für diesen Zweck ein besonderer Draht vorgesehen wäre, welcher unter dem Fensterbrett gleich der Ladeleitung hinläuft und ausschliesslich die Klemmen 2 der einzelnen Sammlergruppen verbindet. Wird nun an irgend einer Gruppe die Contactsicherung 2 eingesetzt, so ist dieser Draht und damit sämmtliche Klemmen 2 in leitender Verbindung mit dem positiven Pol der betreffenden Gruppe. Wird jetzt die Contactsicherung 1 bei der oder den in der Richtung des Ladestromes folgenden Gruppen eingeschraubt, so kann überall von den Klemmen 2 und 3 die Spannung der hierdurch vorgeschalteten Gruppen, zwischen 2, 4 bez. 2, 5 oder 2, 6 die Spannung der vorgeschalteten Gruppen zuzüglich 4, 8 bez. 12 Volt der eigenen Gruppe abgenommen werden.

Da die Schaltkästchen an den Fenster-säulen Fig. 4 von den Schalttafeln auf den Tischen ziemlich entfernt sind, so geht von den Klemmen an den Schalttafeln eine unter dem Tisch laufende Leitung aus, die in lose Leitungsschnüre endet, welche an die Klemmen der Schaltkästchen angeschlossen werden können. Es ist das in Fig. 4 etwas modifiziert (aus Gründen der Deutlichkeit) wiedergegeben, indem die Leitungsschnüre selbständig von den Klemmen der Schaltkästchen aus eingezeichnet sind, während sie mit dem Ende der fest montirten Leitung verbunden sind.

Die Leitungen sind, soweit sie unter den Fensterbrettern liegen, in üblicher Weise frei auf Rollen geführt und durch eine lose Holzverschalung verkleidet.

Der elektrochemische Unterricht ist im Einzelnen den Formen angepasst, in welchen sich der Unterricht in der chemischen Technologie bewegt. Neben der Vorlesung werden ganztägige Übungen für Studirende abgehalten, welche sich in Aufgaben elektro-chemischer Art eingehend vertiefen wollen. Für diese vornehmlich sind die 6 grossen Einzelplätze des elektrochemischen Arbeitsraumes (Fig. 4) bestimmt. Dem Wunsch eines grösseren Kreises sich cursorisch über den wesentlichen Inhalt des Faches zu informiren, kommen Übungen entgegen, welche an einem Wochennachmittag in den ähnlich eingerichteten Räumen des Kellergeschosses abgehalten werden. Vorbereitete Versuche und Aufstellungen, welche im Laufe des Semesters in

systematischer Folge wechseln, bieten diesen Studirenden Gelegenheit, die hauptsächlichsten Beobachtungen, auf welche in der Vorlesung Bezug genommen wird, selbst zu machen. Der allgemeine Gang ist dabei der, dass mit der Messung von Überführungszahlen und Leitfähigkeiten begonnen wird. Danach wird die Bestimmung von elektromotorischen Kräften und Zersetzungsspannungen vorgenommen, und es werden Normalelemente und Accumulatoren, letztere unter Benutzung käuflicher ungepasteter Gitterplatten hergestellt und untersucht. Daran schliessen sich galvanostegische und elektroanalytische Versuche, die ziemlich kurz behandelt werden, da hier einerseits der Besuch industrieller Etablissements, andererseits der analytische Unterrichtsgang des wissenschaftlich-chemischen Laboratoriums ergänzend zur Seite stehen. Im weiteren Fortgang werden die Darstellung von Natrium, Aluminium, Magnesium, die Entzinnung von Weissblech und die Raffination von Kupfer, sowie ähnliche elektrometallurgische Processe demonstriert. Die Erzeugung des Carbides mit Widerstands- und Lichtbogenöfen in den üblichen Laboratoriumsdimensionen wird vorgeführt und die Verwendung des Acetylens als Lichtgeber durch Bestimmung seines Leucht- und Carburationswerthes erläutert. Weiter wird die Erzeugung von Bleichlaugen und von Chlorat, die Kochsalzelektrolyse unter Sonderung von Anoden- und Kathodenproducten messend verfolgt. Als letztes Thema wird die Darstellung wichtiger anorganischer und organischer elektrochemischer Processe und die Ozongewinnung behandelt.

Der Versuch, diese Unterrichtsformen durch ein Colloquium zu ergänzen, in welchem während des Winters van 't Hoff's chemische Dynamik, im Sommer die neuere Patent-Litteratur und Mittheilungen technischer Fachzeitschriften erörtert werden, hat sich in den letzten Semestern mit gutem Erfolg durchführen lassen.

Verfahren, Metakresol in Kresolgemischen zu bestimmen.

Von Dr. F. Raschig-Ludwigshafen a. Rh.

Schon seit einer Reihe von Jahren wird als Ersatz der Pikrinsäure, die unter dem Namen „Melinit“, „Lyddit“ etc. zum Füllen von Sprenggeschossen dient, ein „Cresylit“ genanntes Product angewandt, welches beim Behandeln des Kresols, wie es in der Carbolsäurefabrikation abfällt und billig verkauft wird, mit Salpetersäure entsteht. Dieses

Kresol besteht aus einem Gemisch der drei bekannten Isomeren, o-, m- und p-Kresol; das daraus entstehende Nitroproduct ist aber ausschliesslich Trinitro-m-Kresol; o- und p-Kresol verbrennen bei der Nitrirungsart, die hier in Betracht kommt, nämlich in der Siedehitze und bei Gegenwart von Salpetersäureüberschuss, vollständig zu Oxalsäure.

Das Kresol des Handels wird im Mittel 40 Proc. o-Kresol, 35 Proc. m-Kresol und 25 Proc. p-Kresol enthalten und liefert rund 60 Proc. Trinitro-m-Kresol. Dabei gehen grosse Mengen von Salpetersäure verloren, weil sie zur Oxydation des o- und p-Kresols aufgebraucht werden. Man kann durch eine sehr sorgfältige und oft wiederholte fractionirte Destillation aus dem Kresolgemisch das bei 188° siedende o-Kresol vollständig abscheiden und erhält dann ein Gemisch von rund 60 Proc. m-Kresol und 40 Proc. p-Kresol. Diese beiden sieden bei fast genau der gleichen Temperatur, bei 200° und 199,5°; sie lassen sich also durch Fractioniren nicht mehr trennen. Aber schon dieses Gemisch der zwei Kresole zeigt gegenüber dem oben genannten aus dreien so grosse Vortheile — es liefert etwa 100 Proc. Trinitro-m-Kresol und gebraucht dabei weniger Salpetersäure —, dass es von den betreffenden Fabriken gern vorgezogen und höher bezahlt wird.

Um beim Handel mit solchen Fabrikaten, deren Werth sich nach ihrem Metakresolgehalt bestimmt, Differenzen nach Möglichkeit zu vermeiden, habe ich ein Verfahren ausgearbeitet, das Metakresol in derartigen Gemischen zu bestimmen. Dieses Verfahren ist in meiner Fabrik seit 1½ Jahren im regelmässigen Gebrauch; es sind schon Tausende von Metakresolbestimmungen danach ausgeführt worden, und es hat sich in der ganzen Zeit als zuverlässig und hinreichend genau bewährt. Es ist ferner leicht und schnell auszuführen, erfordert wenig Apparatur und macht nur geringe Kosten.

Die Methode beruht auf der erwähnten Eigenschaft des Kresolgemisches, beim Behandeln mit einem Überschuss von Salpetersäure in der Siedehitze ausschliesslich Trinitro-m-Kresol zu liefern, welches sich, als fast ganz unlöslich in Wasser, leicht abscheiden, trocknen und wiegen lässt. Es waren demnach die Versuchsbedingungen so anzuordnen, dass unter allen Umständen, bei grossem und bei geringem Gehalt an m-Kresol und gleichgültig, ob die Beimischung vorwiegend aus o-Kresol oder aus p-Kresol bestand oder beide in grossen Mengen enthielt, die Mengen des abgeschiedenen Trinitro-m-Kresols genau proportional dem m-Kresolgehalt ausfielen. Dazu gehört erstens, dass man das