

nach den bis jetzt gemachten Erfahrungen mit den nachstehend dargelegten Massgaben so vollständig als nöthig gereinigt werden:

- a) sie werden durch das Berieselungsverfahren von Infectionssstoffen und fäulnissfähigen Stoffen soweit befreit, dass die Ableitung der Rieselwässer in öffentliche Wasserläufe ohne Weiteres geschehen kann;
- b) sie werden durch geeignete, mit mechanischen Einrichtungen verbundene chemische Verfahren (Ätzkalk in Verbindung mit anderen Fällungsmitteln) von Infectionssstoffen und suspendirten fäulnissfähigen Stoffen vollständig, von gelösten fäulnissfähigen Stoffen aber nur theilweise befreit. Um nachträgliche Fäulniss zu verhüten, muss die Menge des Flusswassers ausreichen, die gelösten Stoffe gehörig zu verdünnen; andernfalls muss das Wasser noch einen genügenden Zusatz eines fäulnisswidrigen Mittels wie Kalk u. s. w. erhalten. Die Reinigung muss in zweckmässig angelegten, einheitlichen Anstaltengeschehen.

Durch die Anhäufung von Schlammassen dürfen neue Schädlichkeiten nicht hervorgerufen werden.

2. Die zu 1 aufgestellten Sätze gelten für gewerbliche Abwässer in gleicher Weise.

3. Nothauslässe von Canalisationsanlagen sind bei beiden Verfahren (1a und 1b) zulässig; der Ort ihrer Anlage, ihre Zahl und ihre Benutzung sind zu controliren; Zahl und Benutzung möglichst einzuschränken.

4. Die gesammten Reinigungsverfahren müssen fortlaufend auf ihre ausreichende Wirksamkeit controlirt werden.

5. Die wissenschaftliche Deputation nimmt davon Abstand, für die Reinigung der Abwässer von den zu Satz I. No. 4 oben aufgeführten Stoffen Vorschläge zu machen; aus demselben Grunde, aus welchem solche Vorschläge in Betreff der anorganischen Verunreinigungen von ihr nicht gefordert werden sind.

III. Ob ein Fluss durch Infectionssstoffe so verunreinigt ist, dass eine Abhülfe des bestehenden Zustandes erforderlich wird, kann man auf Grund einer bakteriologischen Untersuchung des Flusswassers an den verschiedenen dabei in Betracht kommenden Stellen im Vergleich mit den Abwässern an dem Punkt, an welchem sie in den Fluss eingeleitet werden, erkennen. Ausserdem wird das Auftreten einer Infectionskrankheit, welche auf Benutzung des Wassers zu beziehen ist, dabei sehr entscheidend mitsprechen, es darf aber bis dahin mit der Abhülfe nicht gewartet werden.

Schliesslich kann auch die Thatsache, dass solche Abgänge, von denen zu befürchten ist, dass sie zur Entstehung von Infektionskrankheiten Anlass geben und welche noch nicht desinficirt in einen Fluss gelangen, ein amtliches Einschreiten erfordern. Dies wird insbesondere der Fall sein, wenn die Abgänge aus Krankenhäusern, Waschanstalten oder aus Wohngebäuden mit infectionskranken Personen herrühren. Das Vorhandensein fäulnissfähiger Stoffe im Übermaasse wird man daran erkennen, dass das Flusswasser erheblich gefärbt oder verschlammt oder stinkend wird. Das Aufsteigen von Gasblasen aus dem am Boden des Flusses abgelagerten Schlamm ist ein untrügliches Kennzeichen eines Zustandes, welcher der Abhülfe bedarf.

Ob toxisch wirkende Stoffe in einem Umfange vorhanden sind, dass Abhülfe nothwendig ist, wird im Einzelfall durch sachverständige Prüfung zu ermitteln sein.

Ob endlich andere derartige Stoffe sich in den einem Flusse zugeführten Abwässern befinden, wird aus den eingetretenen unverkennbaren Missständen sich ergeben.

IV. Die Beurtheilung einer geplanten Anlage in Bezug auf die zu erwartende gemeinschädliche Verunreinigung öffentlicher Wasserläufe hat in jedem einzelnen Falle unter Berücksichtigung der voraussichtlich producirten Schmutzwässer und der beabsichtigten Vorkehrungen zur Reinigung derselben auf Grund der in obigen Thesen aufgestellten Grundsätze zu geschehen.

V. Es ist wünschenswerth, dass eine Commission eingesetzt wird, welche dafür zu sorgen hat, dass die noch fehlenden wissenschaftlichen Unterlagen für eine definitive Regelung der Maassnahmen zur Reinhaltung der öffentlichen Wasserläufe beschafft werden.

Brennstoffe, Feuerungen.

Zur Bestimmung des Feuchtigkeits- und Kohlensäuregehaltes der Luft empfiehlt F. Schydłowski (Z. anal. 1888 S. 712) die Diffusion durch poröse Platten zu bestimmen. (Für praktische Verwendung doch wohl ganz unbrauchbar.)

Bei Destillation von Mineralölen und deren Rückständen mit überhitztem Wasserdampf zur Gewinnung von Schmier-, Gas- und Brennölen tritt nach E. Pietsch (D.R.P. No. 46008) vielfach der Übelstand auf, dass sich bei dem im Kühler e bis e_9

(Fig. 72 bis 74) hergestellten Vacuum durch die Wassereinspritzung eine zu starke Wirkung der letzteren bemerkbar macht und in Folge dessen ein stossweises Herausschleudern des Destillats aus den Kühlslangen erfolgt.

Die vordere Abtheilung *a* (Fig. 75 bis 78) ist der Schmelzraum, *b* und *b'* sind Vorwärmer. Die Scheidewände *c* sind mit Luftkühlung versehen. Sollen die Tiegel herausgenommen werden, so lässt man durch Öffnen des

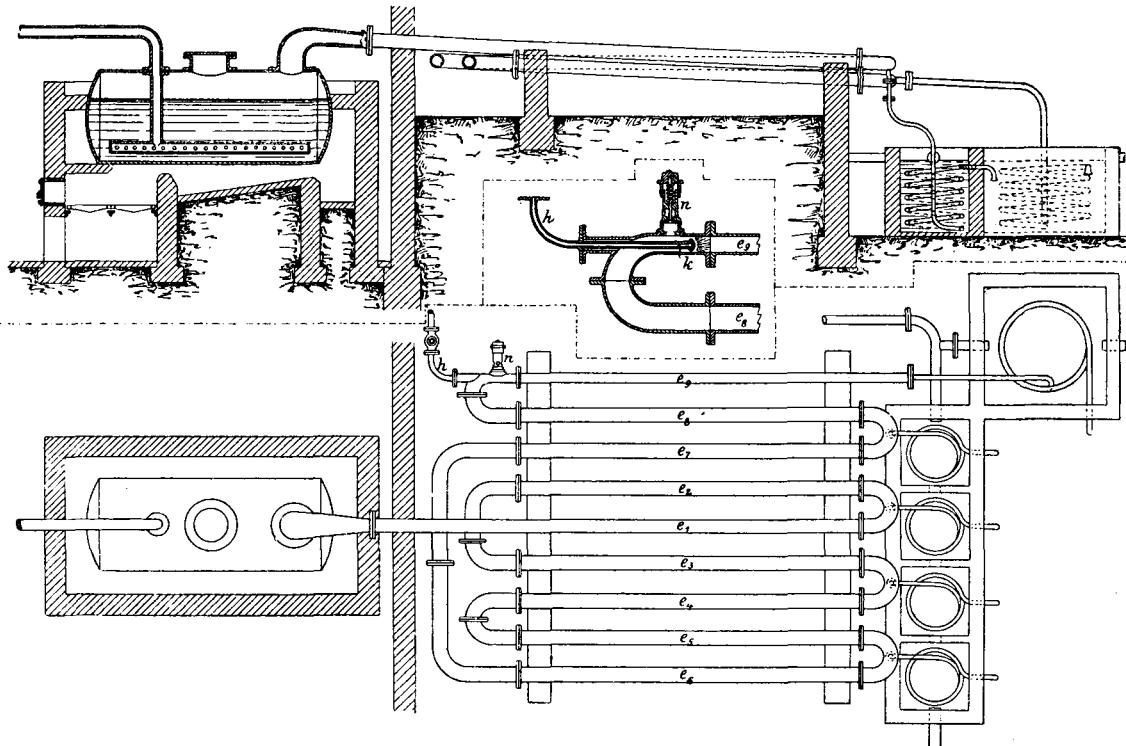


Fig. 72 bis 74.

Um diesem Übelstande zu begegnen, ist vor dem Rohrende *h* bez. der Brause *k* an dem Rohr *e*, ein Luftventil *n* angeordnet, dessen Wirkungsweise mittels Spiralfeder geregelt wird.

Hüttenwesen.

Mitisgusseisen (Weicheisen) nach dem Verfahren von Nordenfeld wird nach

Schiebers *f'* die heissen Gase durch Canal *o* in den Schornstein *d'* treten. Die Deckel *g* sind mit Schauöffnungen versehen. Die durch Rohr *h* zugeführten Erdölrückstände oder schweren Theeröle fliessen über die Schalen *f*, der Rest fliessst durch Rohr *i* ab. Die Verbrennungsluft tritt theils von vorn, theils von oben durch Öffnung *m* zu.

Jeder der Graphittiegel wird mit 30 k Eisenabfälle versetzt; 10 Minuten vor dem Guss wird soviel Ferroaluminium zugesetzt, als 0,05 bis 0,1 Proc. entspricht.

Oestberg (Am. Inst. Min. Eng. 14 S. 773) meint, durch den Aluminiumzusatz werde die Temperatur des Eisens um 160 bis 280° erniedrigt, wodurch das Eisen die Eigenschaft verliere, Gase zu binden, somit dichte Güsse liefere. (Diese Erklärung kann nicht richtig sein, da nach gef. Mittheilungen einer grossen Eisengiesserei, welche Ferroaluminium der Laufener Fabrik (vgl. S. 135 d. Z.) verwendet, im Gegentheil die Temperatur auf Zusatz des Aluminiums bedeutend steigt.)

Kosmann (Stahleisen 1889 S. 19) tadelt, dass Ref. noch in seinem Jahresber. 1887 S. 376 die

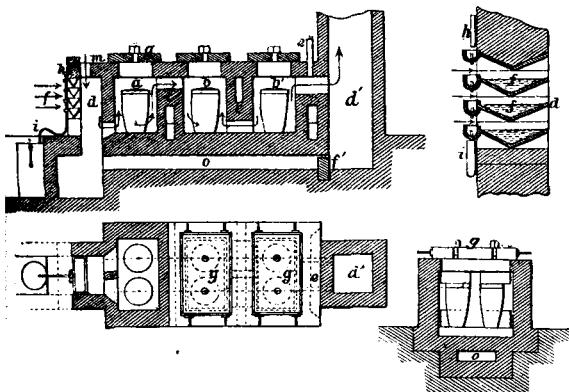


Fig. 75 bis 78.

J. Henvotte (Rev. univ. 1888 S. 190) in Öfen mit flüssigem Brennstoff hergestellt.

Brauchbarkeit des Grätzel'schen Aluminiumpatentes bestreitet, gibt aber später (das. S. 113) zu, dass er im Irrthum war, da das Grätzel'sche Verfahren thatsächlich nicht ausgeführt werde. F.

E. Saarburger, technischer Director der Aluminium- und Magnesiumfabrik zu Hemelingen, schreibt darüber (Zft. deutsch. Ing. 1889 S. 87):

„Seit meinem Eintritt in die genannte Fabrik — Oktober 1887 — wird nach meinem Verfahren in Hemelingen Aluminium fabricirt, und dieser Thatsache entsprechend wurde auch schon im vergangenen Jahre von der Generalversammlung der Actionäre genannter Fabrik beschlossen, den bei Gründung der Fabrik in die Firma aufgenommenen Zusatz „Patent Grätzel“ fallen zu lassen.“

(Die Fabrik hatte s. Z. das Grätzel'sche Patent für 600 000 M. gekauft.)

Kupolofen. E. Böing (D.R.P. No. 46584) saugt durch ein Gebläse die Gase aus dem oberen Theil des Ofenschachtes an und presst sie mit gleichzeitig angesaugter Luft in einen entsprechend grossen, mit Manometer und Sicherheitsventil versehenen Windkessel aus Eisenblech oder Gusseisen, der weiter noch ein Rückschlagventil und ein Absperrventil hat und dazu dient, die abgesaugten Ofengase mit Luft unter entsprechend hohem Druck zu mischen. Vom Windkessel aus führt die mit Absperrventil versehene Rohrleitung zum Windcanal am Kupolofen oder direct zu den Düsen.

(Hätte Böing die Gase, welche aus Kupolöfen entweichen, untersucht, so würde er gefunden haben, dass deren Brennwerth praktisch negativ ist — vgl. Jahresb. 1879 S. 72, 1885 S. 38, 1886 S. 110; der Vorschlag ist daher durchaus verwerflich).

Herstellung von Zink. K. Eichhorn (D.R.P. No. 45599) schlägt vor, dass die Be- schickung von Erz und Koks in einem Gebläseschachtofen ununterbrochen niederge- schmolzen wird und die hierbei gebildeten Oxydwolken durch den Gasstrom abwechselnd in einen von zwei abwechselnd arbeitenden Schachtofen getragen werden, welche mit Kohle gefüllt sind und vorher abwechselnd durch Warmblasen eine Temperatur erhalten, die über der Reductionstemperatur des Zinkoxyds liegt, so dass die hinübergetragenen Zinkoxydwolken hier zu metallischen Zinkdämpfen reducirt und diese dann in einem mit jenen beiden Reductionsräumen verbun- denen gemeinschaftlichen Condensator zu flüssigem Metall verdichtet werden. (?)

Glas, Thon, Cement.

[Schluss von S. 137.]

3. Volumenbeständigkeit. Portlandcement soll sowohl an der Luft, als auch unter Wasser volumenbeständig sein.

Erklärungen. Manche Portlandemente erleiden nach dem Abbinden eine Volumenvergrösserung, welche unter allmählicher Lockerung des zuerst gewonnenen Zusammenhangs eine Zerklüftung der Cementmasse herbeiführt und häufig mit deren gänzlichem Zerfall endigt.

Der Beginn dieser Erscheinung, welche man mit dem Ausdrucke „Treiben des Cementes“ bezeichnet, tritt nicht sofort, sondern in kürzerer oder längerer Zeit nach dem Abbinden ein.

Ein mit einer solchen Eigenschaft behaftetes Bindemittel gefährdet die Solidität der damit hergestellten Bauten in bedeutendem Maasse; es muss daher vom Portlandcement die Volumenbeständigkeit gefordert werden.

Portlandcement ist dann als volumenbeständig anzusehen, wenn derselbe, mit Wasser ohne Sandzusatz angemacht, an der Luft oder im Wasser die beim Abbinden angenommene Form dauernd beibehält.

Da manche Portlandemente wohl unter Wasser, aber nicht an der Luft, volumenbeständig sind, und auch das umgekehrte Verhalten nicht ausgeschlossen ist, so ist Portlandcement nach beiden Richtungen hin zu prüfen.

a) Volumenbeständigkeit an der Luft. Zur Prüfung, ob ein Portlandcement an der Luft volumenbeständig ist, dient die Darrprobe in Verbindung mit der Kuchenprobe unter Wasser.

Die Darrprobe wird in folgender Weise ausgeführt: Man röhrt den Portlandcement ohne Sandzusatz mit der bei der Vornahme der Abbindeproben ermittelten Wassermenge zu einem Brei von Normalconsistenz an, breitet denselben auf ebenen Glas- oder Metallplatten in zwei Kuchen von etwa 10 cm Durchmesser und etwa 1 cm Dicke aus, und hinterlegt dieselben, um die Entstehung von SchwindrisSEN zu vermeiden, am besten in einen feuchtgehaltenen Kasten, wo die Kuchen vor Zugluft und Einwirkung der Sonnenstrahlen geschützt sind. Nach 24 Stunden, jedenfalls aber erst nach erfolgtem Abbinden, werden die Cementkuchen, auf ebenen Metallplatten ruhend, in einem Trockenschrank einer Temperatur ausgesetzt, welche allmählich von der Lufttemperatur bis auf 120° gesteigert und auf dieser Höhe durch 2 bis 3 Stunden, für alle Fälle aber $\frac{1}{2}$ Stunde über den Moment hinaus gehalten wird, bei welchem ein sichtbares Entweichen von Wasserdämpfen aufgehört hat.

Die Kuchen sollen in dem Trockenkasten nicht vertical übereinander, sondern treppenförmig nebeneinander angeordnet werden.

Zeigen die Kuchen nach dieser Behandlung Verkrümmungen oder mit Verkrümmungen verbundene, gegen die Ränder hin sich erweiternde Risse von mehr oder weniger radialer Richtung, so ist der fragliche Portlandcement von der Verwendung zu Bauausführungen an der Luft auszuschliessen. Bei der Beurtheilung der Volumenbeständigkeitsproben sind die Treibrisse von den in Folge zu raschen Austrocknens durch Volumenverminderung manchmal entstehenden SchwindrisSEN wohl zu unterscheiden, welche letztere nicht am Rande der Kuchen, sondern innerhalb derselben in Form concentrischer Kreise oder feiner oberflächlicher Haarsrisse auftreten.

Durch die Anwesenheit von mehr als 3 Proc.

wasserfreiem schwefelsauren Kalk (oder entsprechendem Gehalte an ungebranntem Gyps) verursachte Volumenunbeständigkeit (das sogenannte Gypstreifen) wird jedoch durch die Darrprobe nicht markirt und es ist daher, wenn ein Portlandcement diese Probe besteht, jedenfalls noch das Resultat der gleichzeitig vorgenommenen Kuchenprobe unter Wasser, welche einen schädlichen Gehalt an Gyps zuverlässig in kurzer Zeit anzeigt, abzuwarten. Fällt auch diese Probe günstig aus, so kann der untersuchte Portlandcement als volumenbeständig an der Luft bezeichnet werden.

b) Volumenbeständigkeit unter Wasser. Die Untersuchung eines Portlandcements bezüglich seiner Volumenbeständigkeit im Wasser erfolgt mittels eines unter Wasser gelegten Kuchens aus reinem Portlandcement (Kuchenprobe).

Zu diesem Zwecke wird der reine Portlandcement mit Wasser zu einem Brei angerührt und auf einer ebenen Glasplatte zu zwei Kuchen ausgegossen, welche etwa 10 cm Durchmesser haben, in der Mitte etwa 1 cm dick sind und gegen die Ränder hin dünn auslaufen.

Der Wasserzusatz ist hierbei um etwa 1 Proc. des Cementgewichtes grösser zu nehmen, als für die Normalconsistenz bei den Abbindeproben ermittelt wurde, damit der Brei leichter zu Kuchen auslaufe.

Die so erhaltenen Kuchen werden, um die Entstehung von Schwindrissen zu vermeiden, an einem vor Zugluft und Einwirkung der Sonnenstrahlen geschützten Orte, am besten in einem feuchtgehaltenen Kasten, aufbewahrt und nach 24 Stunden, jedenfalls aber erst nach erfolgtem Abbinden, sammt den Glasplatten unter Wasser gelegt und daselbst durch mindestens 27 Tage belassen.

Zeigen sich während dieser Zeit an den Kuchen Verkrümmungen oder gegen die Ränder hin sich erweiternde Kantenrisse von mehr oder weniger radialer Richtung, so deutet dies unzweifelhaft auf Treiben des Cementes hin. Bleiben die Kuchen jedoch unverändert, so ist der Cement als unter Wasser volumenbeständig anzusehen.

4. Feinheit der Mahlung. Portlandcement soll so fein als möglich gemahlen sein.

Die Feinheit der Mahlung ist mittels eines Siebes von 4900 Maschen auf 1 qc und 0,05 mm Drahtstärke und eines solchen von 900 Maschen auf 1 qc und 0,10 mm Drahtstärke zu prüfen.

Der Sieberückstand darf auf dem 4900-Maschensieb keineswegs mehr als 35 Proc. und auf dem 900-Maschensieb keineswegs mehr als 10 Proc. betragen.

Erklärungen. Da Portlandcement hauptsächlich mit Sand und Schotter verarbeitet wird, die Festigkeit des Cementmörtels, sowie seine Adhäsion und Wasserundurchlässigkeit aber mit der Feinheit der Mahlung des Cementes wächst, anderseits das Grobe des Mahlgutes die Rolle von Sandzusätzen spielt, so ist eine möglichst feine Mahlung anzustreben und die Feinheit derselben mittels Sieben von der vorgeschriebenen Maschenweite einheitlich zu prüfen. Zu jeder solchen Siebeprobe sind 100 g Portlandcement zu verwenden. Es wäre

indessen irrig, wollte man aus der feinen Mahlung allein auf die Güte eines Cementes schliessen, da geringe weiche Cemente häufiger sehr fein gemahlen vorkommen, als gute scharf gebrannte; letztere aber werden selbst bei gröberer Mahlung doch in der Regel eine höhere Bindekraft aufweisen, als die ersten.

5. Bindekraft. Die Bindekraft von Portlandcement soll durch Prüfung der Festigkeitsverhältnisse an einer Mischung desselben mit Sand ermittelt werden.

Als normale Mischung gilt das Gemenge von einem Gewichtsteil Portlandcement mit drei Gewichtsteilen Normalsand.

Die Prüfung soll auf Druck- und Zugfestigkeit nach einheitlicher Methode an Probekörpern von gleicher Gestalt und gleichem Querschnitte und mit richtig konstruirten Apparaten geschehen.

Die Zerreissungsproben sind an Probekörpern von vorgeschriebener Form, welche an der Bruchfläche 5 qc Querschnitt (2,25 cm Länge und 2,22 cm Breite) besitzen, die Druckproben an Würfeln von 50 qc Fläche (7,07 cm Seitenlänge) vorzunehmen.

Sämtliche Probekörper sind die ersten 24 Stunden nach ihrer Anfertigung an der Luft, die übrige Zeit bis zur Probevornahme unter Wasser aufzubewahren.

Die maassgebende werthbestimmende Probe ist die Druckprobe nach 28 tägiger Erhärtungsdauer; als Controle für die Gleichmässigkeit der gelieferten Waare dient die Zugprobe nach 7- und 28 tägiger Erhärtungsdauer.

Erklärung. Da Portlandcement in der Praxis fast ausschliesslich in der Mischung mit Sand verwendet wird, so ist es nothwendig, die Bindekraft desselben in einer solchen Mischung zu prüfen. Als geeignetes Verhältniss werden drei Gewichtsteile Sand auf einen Gewichtsteil Cement angenommen, da hierbei der Grad der Bindethätigkeit bei verschiedenen Portlandcementen in hinreichendem Maasse zum Ausdrucke gelangt. In manchen Fällen wird es sich jedoch empfehlen, die Zugfestigkeit des reinen Cementes festzustellen. Erfahrungsgemäss übt die chemische und physikalische Beschaffenheit des zur Mörtelmischung verwendeten Sandes einen bedeutenden Einfluss auf die Festigkeitsverhältnisse des Mörtels aus; es ist daher, um zu übereinstimmenden und vergleichbaren Resultaten zu gelangen, unbedingt erforderlich, dass zur Erzeugung aller Probekörper für die Bindekraft immer Sand von gleicher Beschaffenheit, Korngrösse und gleichem Gewicht zur Anwendung komme. Dieser Normalsand wird dadurch gewonnen, dass man möglichst reinen in der Natur vorkommenden Quarzsand wäscht, trocknet und mittels eines Siebes von 64 Maschen auf 1 qc und 0,40 mm Drahtstärke die grössten Theile ausscheidet, und sodann mittels eines Siebes von 144 Maschen auf 1 qc und 0,30 mm Drahtstärke die feinsten Theile entfernt. Der Rückstand auf

dem letzteren Siebe ist der Normalsand. Als maassgebende Probe wird die Druckprobe deswegen festgesetzt, weil der Mörtel in der Praxis zumeist auf Druck beansprucht wird, und nach den gemachten Erfahrungen das Verhältniss zwischen Zug- und Druckfestigkeit bei verschiedenen Cementen ein verschiedenes ist, somit von der Zugfestigkeit nicht mit Sicherheit auf die Druckfestigkeit geschlossen werden kann. Die Ermittlung der Festigkeit bei der Druckprobe soll erst nach 28 tägiger Erhärtung vorgenommen werden, weil bei kürzerer Beobachtungsdauer die Eigenschaften eines Cementes nicht genügend zum Ausdruck kommen. Von ganz besonderem Werthe wäre es, wenn dort, wo dies zu ermöglichen ist, die Festigkeitsproben auf längere Zeit ausgedehnt würden, da es vorkommt, dass Cemente, welche anfangs geringere Festigkeitsziffern ergeben, in späterer Zeit die Festigkeiten anderer Cemente erreichen oder dieselben sogar überholen. Da die Herstellung der Druckprobekörper umständlich ist und die Vornahme der Druckprobe kostspielige Apparate erfordert, so kann die Controle über die gleichmässige Qualität des gelieferten Portlandcementes in einfacherer Weise durch die Erprobung auf Zugfestigkeit vorgenommen werden. Die Zugfestigkeit soll an Probekörpern von 7- bis 28-tägiger Erhärtung ausgeführt werden, erstere, um möglichst bald zu einem Resultate zu gelangen, letztere, um den entsprechenden Fortschritt der Erhärtung kennen zu lernen.

Den Versuchsergebnissen der Festigkeitsproben ist das jeweilige Gewicht des Cementes und des Normalsandes pro Liter im lose eingesiebten Zustande beizufügen, zu welchem Zwecke Cement und Sand in ein einen Liter fassendes cylindrisches Blechgefäß von 10 cm Höhe eingesiebt werden. Hierbei ist das Sieb von 64 Maschen auf 1 qc und 0,40 mm Drahtstärke zu verwenden und dasselbe während des Siebens in einer Entfernung von etwa 15 cm über dem oberen Rande des Litergefäßes zu halten. Das Sieben ist solange fortzusetzen, bis sich ein Kegel gebildet hat, der mit seiner Grundfläche die ganze obere Öffnung des Litergefäßes bedeckt; dieser Kegel ist schliesslich mit einem geradlinigen Streicheisen vollkommen eben abzustreichen. Während der ganzen Dauer dieser Arbeit ist jede Erschütterung des Litergefäßes sorgfältig zu vermeiden.

6. Zug- und Druckfestigkeit. Guter langsam oder mittel bindender Portlandcement soll in Normal-Mörtelmischung nach 28 Tagen Erhärtung (die ersten 24 Stunden an der Luft, die folgenden 27 Tage unter Wasser) eine Minimalzugfestigkeit von 15 k/qc und eine Minimaldruckfestigkeit von 150 k/qc aufweisen.

Nach 7 tägiger Erhärtung (die ersten 24 Stunden an der Luft, die folgenden 6 Tage unter Wasser) soll die Zugfestigkeit mindestens 10 k/qc betragen.

Bei rasch bindenden Portlandcementen soll die normale Mörtelmischung nach 28 Tagen Erhärtung (die ersten 24 Stunden an

der Luft, die folgenden 27 Tage unter Wasser) eine Zugfestigkeit von mindestens 12 k/qc und eine Druckfestigkeit von mindestens 120 k/qc erreichen, während nach 7 tägiger Erhärtung (die ersten 24 Stunden an der Luft, die übrigen 6 Tage unter Wasser) die Zugfestigkeit mindestens 8 k/qc betragen soll.

Das Mittel aus den vier besten Resultaten von sechs geprüften Körpern hat als die mittlere Festigkeit in der betreffenden Altersklasse zu gelten.

Erklärungen. 1. Erzeugung der Probekörper. a) Allgemeine Bemerkungen. Die Probekörper für die Druckfestigkeit sind stets auf maschinellem Wege zu erzeugen; die Probekörper für die Zugfestigkeit können maschinell oder von Hand angefertigt werden. Den Versuchsergebnissen der Festigkeitsproben ist beizufügen, ob die Probekörper durch maschinelle Arbeit oder durch Handarbeit angefertigt worden sind. In Streitfällen ist jedoch stets das Ergebniss der maschinellen Arbeit entscheidend. Für jede Festigkeitsprobe sind pro Altersklasse 6 Probekörper herzustellen. Die vorerst trocken durcheinander gemengte Mischung von Portlandcement und Sand ist mit der weiter unten vorgeschriebenen bez. ermittelten Menge Wasser, und zwar vom Momente der Wasserzugabe, bei rasch bindenden Cementen durch 1 Minute, bei mittel oder langsam bindenden Cementen durch 3 Minuten tüchtig durchzuarbeiten und sofort auf einmal in die gehörig gereinigten und mit Wasser benetzten Formen zu füllen; ein nachträgliches Aufbringen von Mörtel ist zu vermeiden. Die Herstellung der Probekörper muss unter allen Umständen vollendet sein, bevor der Erhärtungsbeginn des Portlandcementes eingetreten ist; es ist daher namentlich bei Raschbindern in dieser Richtung besondere Vorsicht und Sorgfalt geboten. Die Verschlussvorrichtung der Formen für die Zugprobekörper muss dem bei der Erzeugung dieser Körper entstehenden Drucke genügend Widerstand leisten, da sonst durch Nachlassen dieses Verschlusses der Zerreissungsquerschnitt vergrössert und unrichtige Festigkeitsresultate sich ergeben würden; ein durch Federkraft erzeugter Verschluss der beiden Theile der Formen ist aus diesem Grunde unzulässig.

b) Herstellung der Probekörper durch maschinelle Arbeit. Um Ergebnisse zu erhalten, welche einen Vergleich der Zug- zur Druckfestigkeit zulassen, ist es nothwendig, dass die Probekörper für beide Festigkeiten in derselben Consistenz und mit derselben Dichte angefertigt werden, was einerseits durch im Verhältniss zur Trockensubstanz gleichen Wasserzusatz, anderseits durch eine bei der Comprimirung des Mörtels angewandte gleiche Arbeit pro Volumeneinheit der Trockensubstanz erreicht wird. Zur Ermittelung des richtigen Wasserzusatzes werden 750 g gut gemengte, trockene Normal-Mörtelmischung mit einer vorläufig angenommenen Wassermenge angefeuchtet und bei Raschbindern 1 Minute, bei Mittel- und Langsambindern 3 Minuten lang durchgearbeitet. Der so gewonnene Mörtel wird auf

einmal in die Form des zur Herstellung der Druckprobekörper dienenden Rammapparates gefüllt und durch 150 Schläge eines 3 k schweren Fallgewichtes oder Hammers aus einer Höhe von 0,50 m comprimirt. Zeigt der Mörtel nach dem letzten Schlag eine mässige Absonderung von Wasser an seiner Oberfläche, so gilt dies als Zeichen, dass die Wassermenge correct gewählt worden ist. Andernfalls ist der Versuch mit einer jedesmal geänderten Wassermenge so lange zu wiederholen, bis bei dem letzten Schlag die Wasserabsonderung beginnt. Die derart ermittelte procentuelle Wassermenge gibt die Normal-Mörtelconsistenz, mit welcher alle Probekörper anzufertigen sind. Die Arbeit, welche bei der Erzeugung der Probekörper zu leisten ist, wird mit 0,3 mkg für 1 g Trockensubstanz festgesetzt. Bei maschinerlicher Herstellung sind die Probekörper einzeln anzufertigen und es werden für jeden Probekörper der Druckfestigkeit 750 g, für jeden Probekörper der Zugfestigkeit 200 g trockene Normalmischung mit der auf obige Weise ermittelten prozentuellen Wassermenge angerührt. Der so erhaltene Normalmörtel wird auf einmal in die mit einem Füllkasten versehene Form gefüllt und mittels eines genau in die Form passenden Kernes bei den Druckprobekörpern durch 150 Schläge eines aus einer Höhe von 0,50 m fallenden 3 k schweren Rammklotzes oder Hammers, bei den Zugprobekörpern jedoch durch 120 Schläge eines 0,25 m hoch herabfallenden 2 k schweren Rammklotzes oder Hammers comprimirt. Unmittelbar nach dem letzten Schlag entfernt man den Kern und den Aufsatz des Formkastens, streicht das überschüssige, die Form überragende Material mit einem Messer ab, glättet die Oberfläche und nimmt den Probekörper aus der Form, sobald der Mörtel vollständig abgebunden hat. Die zur Comprimirung der Probekörper dienenden Apparate sollen auf solider, nicht federnder Unterlage, am besten auf Mauerwerk ruhen. Bei genauer Einhaltung obiger Vorschriften und namentlich der auf die Trocken-substanz bezogenen gleichen Arbeit wird sowohl für die Zug- als Druckkörper eine annähernd gleiche Dichte erzielt. Um diese wichtige Bedingung zu controliren und um einen Anhaltspunkt zur Beurtheilung der richtigen Herstellung von durch Handarbeit erzeugten Probekörpern zu bieten, ist die Dichte der Probekörper sofort nach ihrer Herstellung zu erheben und deren Durchschnittsziffer sowohl bezüglich der Druckprobekörper als auch der Zugprobekörper den Versuchsergebnissen beizufügen.

c) Herstellung von Zugprobekörpern durch Handarbeit. Bei mittel und langsam bindenden Portlandcementen sind drei Probekörper gleichzeitig, bei rasch bindenden jedoch ist jeder Probekörper besonders herzustellen. Für je drei Stück gleichzeitig anzufertigende Probekörper werden 150 g Portlandcement mit 450 g Normalsand in einer Schüssel gut durcheinander gemengt und sodann mit 60 g reinem Wasser (d. i. 10 % der Trockensubstanz) angerührt. Mit dem so erhaltenen Mörtel werden drei auf einer Metall- oder starken Glasplatte liegende Formen auf einmal so hoch gefüllt, dass sie stark gewölbt voll werden. Man schlägt nun mittels eines eisernen 35 cm

langen Spatels, dessen Schlagfläche 5 cm breit, 8 cm lang und 0,5 cm dick ist und dessen Gesamtgewicht 350 g beträgt, den überstehenden Mörtel anfangs schwach und von der Seite her, dann immer stärker so lange in die Formen ein, bis an seiner Oberfläche Feuchtigkeit ausschwitzt. Ein bis zu diesem Zeitpunkte fortgesetztes Einschlagen, das etwa 1 Minute dauert, ist unbedingt erforderlich. Man streicht nun den die Formen überragenden Mörtel mit einem Messer ab und glättet mit demselben die Oberfläche. Nach vollendetem Abbinden des Mörtels werden die Formen vorsichtig von den Probekörpern abgelöst.

2. Aufbewahrung der Probekörper. Nach der Anfertigung sind die Probekörper die ersten 24 Stunden an der Luft, und zwar, um sie vor ungleichmässiger Austrocknung zu schützen, in einem geschlossenen feuchtgehaltenen Raume, die übrige Zeit aber bis unmittelbar vor Abführung der Proben unter Wasser aufzubewahren. Das Wasser, in welchem dieselben erhärteten, ist in den ersten vier Wochen alle acht Tage zu erneuern und ist darauf zu achten, dass die Probekörper immer vom Wasser bedeckt sind. Bei Proben, welche über diese Zeit hinaus aufbewahrt werden, genügt es, das durch Verdunstung verloren gegangene Wasser von Zeit zu Zeit durch frisches Wasser zu ersetzen, so dass die Proben immer vollständig unter der Wasseroberfläche bleiben.

3. Vornahme der Festigkeitsproben. Die Probekörper sind sofort nach der Entnahme aus dem Wasser zu prüfen. Für jede Altersklasse sind sowohl die Druck- als die Zugfestigkeit stets an je sechs Probekörpern zu bestimmen. Da die Dauer der Belastung bei der Zugprobe von Einfluss auf das Resultat ist, so soll bei der Prüfung auf Zugfestigkeit die Zunahme der Belastung während des Versuches 100 g pro Secunde betragen. Bei dem Einspannen der Probekörper ist darauf zu achten, dass der Zug genau in einer zur Bruchfläche senkrechten Richtung stattfinde. Bei der Prüfung auf Druckfestigkeit soll, um einheitliche Resultate zu erzielen, der Druck stets auf zwei Seitenflächen der Würfel (im Sinne der Erzeugung) ausgeübt werden, nicht aber auf die Bodenfläche und die bearbeitete obere Fläche.

4. Anfertigung der Zugprobekörper aus reinem Cement. Man fettet drei Formen auf der Innenseite etwas ein und setzt dieselben auf eine Metall- oder Glasplatte. Sodann mischt man 600 g Portlandcement mit beiläufig 120 g Wasser, röhrt die Masse unter entsprechender Rücksichtnahme auf den Erhärtungsbeginn bis zu 5 Minuten gut durch, fällt die Formen stark gewölbt voll und verfährt wie bei der Erzeugung der Probekörper in der Normalmischung. Die Formen dürfen erst abgelöst werden, wenn der Portlandcement genügend erhärtet ist. Sehr fein gemahlene oder rasch bindende Portlandcemente erfordern einen entsprechend höheren Wasserzusatz, daher ist der selbe bei Bekanntgabe der bei diesen Proben erzielten Festigkeitszahlen stets anzuführen.

In Streitfällen über die Handhabung dieser Prüfungsbestimmungen ist das in der Prüfungsanstalt für hydraulische Bindemittel der Stadt Wien angewandte Verfahren maassgebend.

Apparate.

Gasanalyse. J. Ruffle (J. Chem. Ind. 1889 S. 3) beschreibt eine Abänderung des Orsat'schen Apparates, indem er statt der U-Rohre zwei durch ein Rohr verbundene Flaschen nimmt. (Die Vorrichtung erscheint nicht empfehlenswerth.)

Unorganische Stoffe.

Ägyptisches Blau. Die von den alten Römern hergestellte, ägyptische Blau benannte Farbe, welche besonders zu Wandmalereien Verwendung fand und z. B. im alten Pompeji häufig angetroffen wird, ist nach F. Fouqué (C. r. 108 S. 325) eine Doppelverbindung von Kalk- mit Kupfersilicat. Die Analyse ergab:

Kieselsäure . . .	63,7
Kalk	14,3
Kupferoxyd . . .	21,3

Thongefäßen in einem Ofen bis zum Schmelzen. Fouqué empfiehlt statt Soda als Schmelzgrund Kaliumsulfat.

Die Schönheit und die grosse Beständigkeit dieser Farbe, von der Proben nun etwa 19 Jahrhunderte dem Lichte, der Luft und der Feuchtigkeit ohne die geringste Veränderung widerstanden haben, lassen es wünschenswerth erscheinen, die Herstellung derselben wieder aufzunehmen, zumal diese mit wenig Unkosten und in leichter Weise durchzuführen ist.

Muffelofen. Das Salzbergwerk Neu-Stassfurt in Löderburg (D.R.P. No. 46215) empfiehlt, die Decke des Muffelofens aus aufgehängten röhrenförmigen Steinen, durch welche die glühenden Feuergase hindurchstreichen, herzustellen. Diese röhrenförmigen Steine *b* (Fig. 79 bis 81) werden mittels eiserner Haken *c* an den Trägern *d* aufgehängt und durch derartiges Aneinanderfügen der-

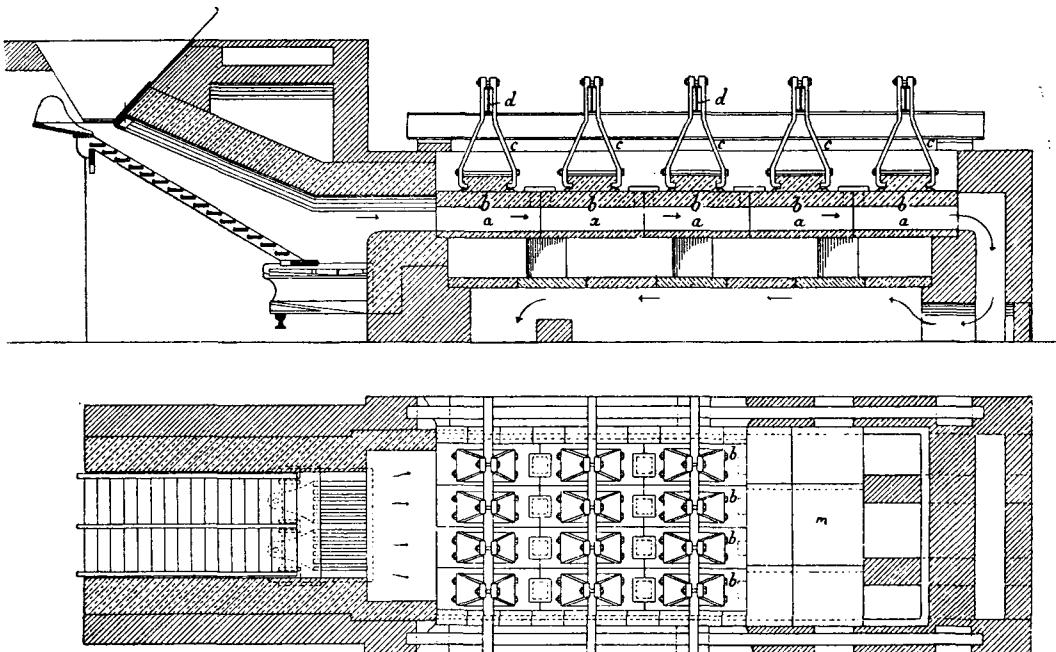


Fig. 79 u. 80.

Die Verbindung bildet kleine dem quadratischen System angehörende Krystalle; sie wird von Schwefelsäure garnicht, von Kalk erst bei hoher Temperatur angegriffen. Flusssäure löst sie leicht. Schwefelammonium soll sie nicht schwärzen. Die Herstellung wurde zu Alexandrien gefunden; Vestorius besass eine Fabrik zu Pouzzoles. Dort wurden Sand, Soda und Kupferfeilspähne gemischt, mit Wasser zu einer Paste angerührt, daraus Kugeln geformt und diese getrocknet. Man erhitzte dieselben dann in

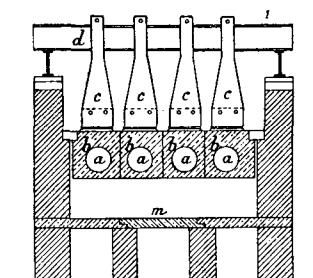


Fig. 81.

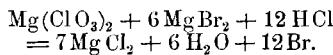
selben, dass die Öffnungen auf einander passen, Feuerzüge *a* gebildet.

Auch mittels Schrauben, welche in den Steinen befestigt sind oder durch andere geeignete Vorrichtungen können dieselben an den Trägern aufgehängt werden. Durch Aufhängung der röhrentörmigen Steine wird der seitliche Druck eines Ofengewölbes aufgehoben und ausserdem ermöglicht, dass sämmtliche Feuerzüge in der gleichen Höhe über der Ofensohle sich befinden, was bei einem Gewölbe unmöglich ist.

Trennung von Zink und Nickel.
Löst man nach H. Baubigny (C. r. 108 S. 236) Zink- und Nickelsulfat in 10 proc. Essigsäure, leitet bei gewöhnlicher Temperatur Schwefelwasserstoff in die Lösung, lässt einige Stunden stehen und filtrirt, so hat man alles Zink als Schwefelzink auf dem Filter. Man wäscht mit einem Gemische von verdünnter Essigsäure und Schwefelwasserstoffwasser aus und fällt darauf in dem Filtrate das Nickel, nachdem Ammoniumacetat zugesetzt und die Flüssigkeit auf 70 bis 75° erwärmt ist, als Nickelsulfür durch Schwefelwasserstoff. Man verschliesst die Flasche, lässt erkalten, filtrirt den sehr dichten Niederschlag und wäscht mit 1- bis 2 proc. Essigsäure, welche mit Schwefelwasserstoff vermischt ist. Bei reinen Salzen erhielt man genaue Ergebnisse.

Sobald der Gehalt an Nickelsulfat gering ist, z. B. weniger als $\frac{1}{3}$ der Sulfate, so braucht keine freie Essigsäure zugesetzt zu werden. Man kann dann die wässrige Lösung der neutralen Sulfate direct zersetzen, weil die während der Zinkfällung in Freiheit gesetzte Schwefelsäure genügt, um die Nickelfällung zu verhindern. —*e.*

Zur Darstellung von Brom aus Carnallitmutterlaugen vermischt das Salzbergwerk Neu-Stassfurt (D.R.P. No. 46 320) dieselben mit Magnesia bleichflüssigkeit, wie sie durch Einwirkung von Chlor auf in Wasser vertheilte Magnesia gewonnen wird, setzt eine Säure zu und destillirt das Brom durch Einströmung von Wasserdampf ab. Die Zersetzung bez. das Freiwerden von Brom geht bei Gegenwart von Salzsäure und chlorsaurer Magnesia nach folgender Gleichung vor sich:



Ist eine andere Säure vorhanden oder wendet man unterchlorigsaure Magnesia an Stelle von chlorsaurer Magnesia an, so erfolgt die Zersetzung in entsprechender Weise.

Die Menge der anzuwendenden Magnesia bleichflüssigkeit richtet sich nach der Concentration derselben und ist so zu bemessen, dass sämmtliches Brom aus der Carnallitmutterlauge, in welcher etwa 0,2 Proc. enthalten sind, ausgetrieben werden kann. Der Zusatz von Säure muss der theoretischen Zersetzung entsprechen, ein Überschuss ist nicht erforderlich. Dieses Verfahren hat den Vorzug, dass die Chlormagnesiumlösung durch keine Stoffe verunreinigt wird, welche die Weiterverwerthung hindern oder erschweren.

Überführung von Chlorcalcium in Chlormagnesium G. Borsche und F. Brünjes (D.R.P. No. 46 727) bringen Magnesia mit einer Lösung von Chlormagnesium oder Chlorkalium oder Kochsalz oder Salmiak oder mit einem Gemenge dieser Salzlösungen zusammen, mit der die Magnesia unter Bildung des Oxychlorids stark gewässerte Doppelverbindungen bildet, leiten Kohlensäure ein und erhalten ein Hydrocarbonat der Magnesia von der Form $\text{Mg CO}_3 + 3 \text{aq}$, welche Bildung in wässriger Lösung, ohne Zusatz von Chlormagnesium, ausgeschlossen ist, da obiges Hydrocarbonat sofort in das mit 2 Wasser $\text{Mg CO}_3 + 2 \text{aq}$ zerfällt.

Während letzteres sich mit Chlorcalcium nur sehr langsam und unvollständig zu Chlormagnesium und kohlensaurem Kalk umsetzt, geht diese Umsetzung auch ohne weitere Zuführung von Kohlensäure um so glatter bei dem Hydrocarbonat $\text{Mg CO}_3 + 3 \text{aq}$ vor sich, sowie man Chlorcalciumlauge hinzufügt.

Beide Vorgänge lassen sich in der Weise vereinigen, dass man Magnesia, etwa 20 Th. so lange mit etwa 48 Th. Chlormagnesium behandelt, bis die Bildung des Oxychlorids vor sich geht, Chlorcalciumlauge hinzufügt und Kohlensäure einleitet. Durch die Kohlensäure erfolgt Bildung des Hydrocarbonats der Magnesia mit 3 Wasser, welches, durch die Gegenwart von Chlormagnesium am Zerfallen verhindert, sich direct mit der äquivalenten Menge von Chlorcalcium zu Chlormagnesium und kohlensaurem Kalk umsetzt.

Die bayerischen Salinen in ihrer geschichtlichen Entwicklung bespricht A. Aigner (Bergh. Jahrb. 1888 S. 325).

Zerlegung von Kobalt und Nickel. L. L. de Koninck (Rev. univ. 1889 S. 199) vermuthet, dass Krüss (S. 98 d. Z.) kein neues Element, sondern Mangan, Magnesium, Aluminium mit Spuren von Eisen, Kobalt, und Nickel unter Händen gehabt habe.

Reinigung von Salpetersäure. Um die technisch dargestellte Salpetersäure von ihrem Gehalte an Salpetrigsäure zu befreien, wird sie nach R. Hirsch (D.R.P. No. 46096) durch eine Kühlslange von Thon (Fig. 82)

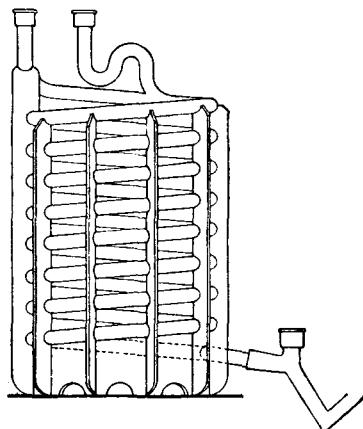


Fig. 82.

geleitet, welche in 80° warmem Wasser steht. Man bläst von unten Luft in die Thonschlange und lässt von oben die Salpetersäure ununterbrochen in solcher Menge einfließen, dass sie unten 60° warm und in der gewünschten Reinheit abfließt. Dieselbe durchfließt dann eine zweite durch Wasser gekühlte Schlange und kann direct auf Flaschen gezogen werden. Die aus-

säure um etwa 0,005 geringer ist, als das der angewendeten, weil Salpetrigsäure das spezifische Gewicht von Salpetersäure erhöht. Die erhaltene Säure ist bei genügender Länge der ersten Schlange, wenn beim Mischen keine hölzernen Rührer in Anwendung gekommen sind, farblos. Eine Kühlslange soll für die Reinigung von mehreren Tausend Kilogr. Salpetersäure täglich genügen.

Dasselbe Verfahren und derselbe Apparat kann angewendet werden, um die Abfallsäure der Nitrobenzol- und Nitroglycerinfabrikation von Nitroverbindungen und Salpetersäure zu befreien. In diesem Falle wird auf 150° erhitzte Luft oder Wasserdampf von unten durch die Schlange geblasen, während die Geschwindigkeit des Einlaufes der Säure so geregelt wird, dass dieselbe unten mit einer Temperatur von 140° austritt, um direct in die zur Concentration bestimmten Gefäße zu laufen.

Zur Nutzbarmachung der Abfallschwefelsäure der Paraffin-, Erdöl- und Theerindustrie wird dieselbe nach E. Schwarz und A. Bauschlicher (D.R.P. No. 46 101) in einer ausgebleiten Pfanne *a* (Fig. 83) mit Dampfheizung einige Stunden lang auf 150° erhitzt, worauf sich schon eine bedeutende Menge von Theer abscheidet. Nach dem Erkalten wird die Schwefelsäure

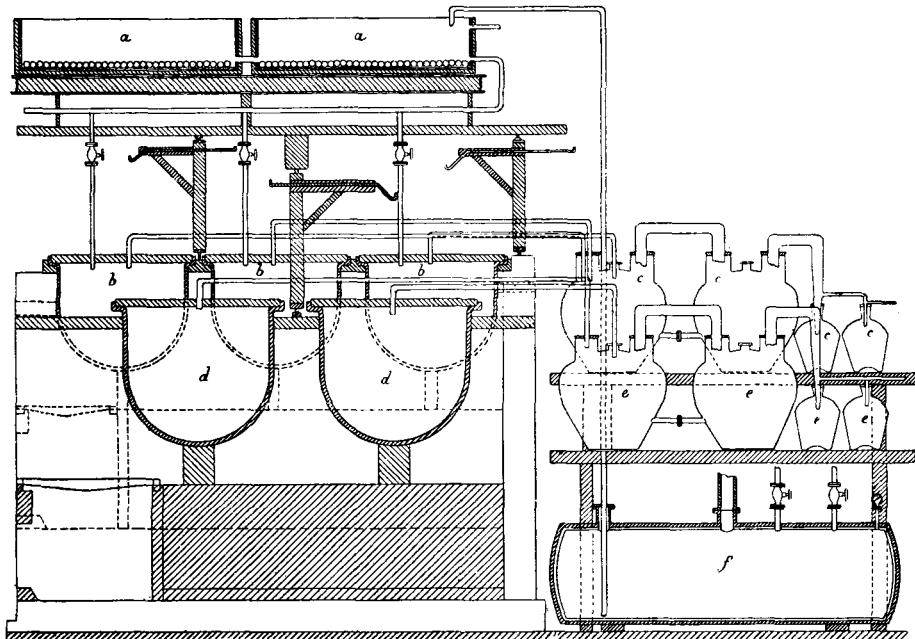


Fig. 83.

tretende Salpetrigsäure wird in bekannter Weise durch Schwefelsäure oder Kalkmilch gebunden. Es ist zu bemerken, dass das spezifische Gewicht der erhaltenen Salpeter-

durch die an der Pfanne *a* angebrachte Rohrleitung durch Öffnung derselben in die Kessel *b* gelassen, so dass nur der abgeschiedene Theer in der Pfanne *a* zurückbleibt.

Der in den geschlossenen Kesseln *b* befindlichen Schwefelsäure werden nun 2 bis 3 Proc. von der vorhandenen wasserfreien Schwefelsäure Natronalpeter zugesetzt und diese Mischung langsam auf 40 bis 80° erhitzt, worauf eine starke Reaction eintritt und der noch vorhandene Theer sich in Form fester Kohle abscheidet. Hierauf wird die Schwefelsäure bis auf den Siedepunkt gebracht, wodurch sämtliche gebildete Salpetersäure ausgetrieben und in den Thonkrügen *c* verdichtet wird.

Die nun in den Kesseln *b* zurückgebliebene Schwefelsäure kann in bekannter Weise zur Herstellung von Bisulfat und Salzsäure sowie zur Fabrikation von schwefelsaurer Thonerde, Zinkvitriol, Eisenvitriol und technisch und chemisch reiner Salpetersäure verwendet werden.

Soll reine Salpetersäure fabricirt werden, so wird die Schwefelsäure aus den Kesseln *b* in die Kessel *d* übergeführt und hier derselben so viel Salpeter, als das Gewicht der Schwefelsäure es erfordert, zugesetzt. Der Inhalt des Kessels wird abdestillirt und die Salpetersäure in den Gefässen *e* verdichtet.

Organische Verbindungen.

Die Zersetzungspredkte der Homologen von Benzol-Phenol mit überschüssigem Zink-Ammoniumbromid und Ammoniumbromid beim Erhitzen auf 320 bis 360° wurden von Rachel Lloyd (Nebraska Univ. Stud. 1888 S. 97) untersucht, und entstanden bei Verwendung von Isobutylphenol, Isoamylphenol, Thymol und Carvacrol primäre und secundäre Amine. Das primäre Carvacrylamin (Cymidin) wurde später auch von Söderbaum und Widmann (Ber. deutsch. G. 21 S. 2127) nach einem andern Verfahren erhalten. Es bildet ein farbloses Öl von unangenehmem Geruch, siedet bei 241 bis 242° und erstarrt in einer Kältemischung zu einer undeutlich krystallinischen Masse.

Diese secundären Basen, wie Diphenisobutylamin, Diphenisamylamin, Dithymyamin und Dicarvacrylamin bilden ölige, über 300° siedende Flüssigkeiten, welche anfangs farblos, an der Luft bald dunkel werden. Die beiden letztgenannten Amine zeichnen sich durch einen sehr angenehmen Geruch aus.

B.

Merkaptannachweis. Mischt man nach G. Denigès (C. r. 108 S. 350) Schwefelsäure mit einer kleinen Menge einer 1 proc. Isatinlösung in derselben Säure mit der zu prüfenden Flüssigkeit, so färbt sich die

Mischung grün, falls Merkaptan zugegen ist. Die Reaction ist noch empfindlicher, wenn man einen Glasstab mit der Isatinmischung benetzt und dann über die zu prüfende Flüssigkeit bringt. Die Bildung der grünen Verbindung geht schnell vor sich. Man sammelt dieselbe in etwas conc. Schwefelsäure und kann den Vorgang wiederholen. In dieser Weise kann Merkaptan bei Anwesenheit anderer flüchtiger Stoffe — auch andere Schwefelverbindungen — nachgewiesen werden.

Die Gegenwart höherer Alkohole und Aldehyde verhindert die Bildung des grünen Farbstoffes. In diesen Fällen wird Nitroprussidnatrium zum Nachweis verwandt. Man versetzt die wässrige Lösung oder die in Wasser vertheilte Probe mit einigen Tropfen Natronlauge, röhrt um, versetzt mit etwas Nitroprussidnatrium und erhält eine rothe Färbung.

Enthalten die zu untersuchenden Proben Schwefelwasserstoff oder Sulfide, so fällt man zuerst mit Bleioxyd und verfährt dann in der beschriebenen Weise. Das Schwefelblei braucht nicht entfernt zu werden.

— e.

Bei der Weinsäurebestimmung nach Goldenberg's Verfahren übt nach H. Heidenhain (Z. anal. 1888 S. 681) Kaliumacetat auf Kaliumbitartrat einen zersetzen- den Einfluss aus, doch wird diese Wirkung des essigsauren Kaliums durch viel freie Essigsäure wieder unschädlich gemacht.

Die aus 1,88 g Bitartrat und 1,25 g Kaliumcarbonat hergestellte Lösung bringt man auf 50 cc, setzt 1,5 cc Eisessig hinzu, mischt vorsichtig und dampft ab, bis der Inhalt nur noch 10 g wiegt, nimmt das an den Seiten Ausgeschiedene mit dem flüssigen Inhalt der Schale auf, setzt 3 cc Eisessig hinzu, verröhrt gut, lässt erkalten, setzt 100 cc 95 proc. Alkohol hinzu, röhrt 5 Minuten stark, lässt $\frac{1}{2}$ Stunde stehen, filtrirt und wäscht durch einmaliges Abgiessen, bringt aber dabei so wenig wie möglich von dem Niederschlage auf das Filter. Vor dem letzten Aufgiessen verschliesst man den Trichter am unteren Ende und bedeckt ihn mit einem Uhrglase. Dann giesst man heisses Wasser in die Schale, löst damit den Niederschlag auf, setzt 1,5 cc Eisessig hinzu, dampft wieder ab, spült während des Abdampfens das an den bereits trocken gelegten Stellen der Schale ausgeschiedene Bitartrat mit etwas Wasser nach der Mitte der Schale, um einer Rückbildung des Bitartrats durch den Einfluss des essigsauren Kaliums und der Wärme in neutrales Tartrat möglichst vor-

zubeugen, nimmt die Schale, nachdem ihr Inhalt bis auf 10 g gebracht ist, vom Wasserbade fort, setzt noch 1,5 cc Eisessig hinzu, durchfeuchtet die ganze Masse mit der Flüssigkeit, verröhrt gut, lässt erkalten, setzt das zehnfache Volumen 95 proc. Alkohol hinzu, fügt 0,5 cc der Lösung von essigsaurem Kalium und Essigsäure hinzu, röhrt 5 Minuten lang stark, lässt $\frac{1}{2}$ Stunde stehen, filtrirt durch dasselbe Filter, wäscht aus, bis das Filtrat vollständig neutral abläuft und titriert.

Farbstoffe.

Zur Darstellung von Farbstoffen durch Einwirkung aromatischer Hydrazinsulfosäuren auf Reten chinon werden nach Angabe der Actiengesellschaft für chemische Industrie in Rheinau (D.R.P. No. 46 746) die erforderlichen Mengen Reten chinon und Hydrazinsulfosäure, beispielsweise 26,4 k (1 Mol.) Reten chinon und 37,6 k (2 Mol.) Phenylhydrazinsulfosäure in die zur Lösung der entstehenden Farbstoffe nötige Menge Wasser eingetragen. Die Flüssigkeit wird nach und nach bis zum Sieden erhitzt und so lange siedend erhalten, bis sich sowohl die Sulfosäure als auch das Chinon vollständig zu einer klaren, rothgefärbten Flüssigkeit gelöst haben. Dann wird mit Soda neutralisiert und der Farbstoff mit Kochsalz gefällt.

Der Ton der bis jetzt durch Einwirkung der aromatischen Hydrazinsulfosäuren auf Reten chinon erhaltenen Farben liegt zwischen Orange und Blauroth. Diese Farben sollen sich durch grosse Echtheit auszeichnen; es gelingt z. B. nicht, sie von der damit gefärbten Wolle durch 24 stündiges Liegenlassen in einer 1 proc. Seifenlösung zu entfernen. Einige sitzen auf Wolle sogar derartig fest, dass sie derselben weder durch kalte, noch durch siedende Sodalösung wieder entzogen werden können. Sie färben sämmtlich Wolle und Seide in saurem Bade und werden dem Färbebade sowohl durch Wolle wie durch Seide vollständig entzogen.

Patent-Anspruch: Das Verfahren zur Darstellung von Farbstoffen durch Condensation von Reten chinon mit den Hydrazinen folgender Verbindungen:

1. Sulfanilsäure,
2. m-Amidobenzolsulfosäure,
3. o-Toluidin-p-sulfosäure,
4. p-Toluidin-o-sulfosäure,
5. Xyolidinsulfosäure (aus käuflichem Xylidin),
6. Naphtionsäure,
7. β -Naphthylaminsulfosäure (Brönnner),
8. β -Naphthylamin- δ -sulfosäure,
9. Benzidinsulfondisulfosäure,
10. Benzidindisulfosäure.

Das Verfahren zur Darstellung von Disazofarbstoffen der Badischen Anilin- und Soda fabrik in Ludwigshafen (D.R.P. No. 46 737) unterscheidet sich von den bisher bekannten dadurch, dass weder die Amidogruppe einer Amidoazoverbindung, noch die beiden Amidogruppen eines Diamins in entsprechende Azogruppen übergeführt werden, noch dass eine Diazoverbindung in das Molekül einer Azoverbindung eingreift. Es werden vielmehr je 2 Mol. einer Amidoazoverbindung durch die Einfügung eines verkettenden Gliedes in ihre Amidogruppen vereinigt. Derartige geeignete Bindeglieder sind z. B. Phosgen, Thiophosgen, Schwefelkohlenstoff, Aldehyde, Äthyldibromid, Äther zweibasischer Säuren, wie Oxaläther u. s. w.

Praktische Resultate wurden zunächst durch die paarweise Kupplung (Combination) gewisser, im Nachstehenden näher bezeichneten p-Amidoazoverbindungen mittels Phosgen, Thiophosgen und Schwefelkohlenstoffes erzielt. Die so entstehenden Disazoverbindungen, welche man auch als Azoabkömmlinge des symmetrischen Diphenylharnstoffes bez. Thioharnstoffes auffassen kann, sind sog. substantive, Baumwolle ohne Beizen färbende gelbe Farbstoffe.

Diese p-Amidoazoverbindungen sind: p-Amidobenzolazosalicylsäure (Meldola, Ber. 18, R. 627) und p-Amidoazobenzolazocresotinsäure.

Für die technische Darstellung beider Amidoazoverbindungen gelten im Allgemeinen die in Patentschr. 42 011 (Z. 1888 S. 207) für die Darstellung der entsprechenden p-Amidobenzolazo- α -naphtol- α -monosulfosäure gegebenen Regeln.

10 k fein gepulvertes Acetyl-p-phenylen-diamin werden auf die angegebene Weise diazotirt. Die Lösung der Diazoverbindung wird dann in eine Lösung von 10 k Salicylsäure, 30 k calcinirter Soda, 200 l Wasser und 100 k Eis eingetragen. Die nach 24 stündigem Stehen fast vollständig ausgeschiedene krystallinische Azoverbindung wird filtrirt und gut abgepresst.

Zur Abspaltung seiner Acetylgruppe wird das so erhaltene Product ohne weiteres vorheriges Trocknen in 200 k Schwefelsäure (66° B.) eingetragen und die Mischung im Wasserbade erhitzt. Nach etwa 4 Stunden ist die Verseifung beendet. Man lässt dann die schwefelsaure Lösung langsam in kaltes Wasser einfließen und sammelt die als braunen, fein krystallinischen Schlamm ausgeschiedene Amidoazoverbindung auf einem Filter. Um diese Verbindung in einen Disazofarbstoff überzuführen, wird sie in einem ausgebleiten grossen Rührkessel mit 500 l

Wasser und 300 k Eis fein aufgeschlämmt und durch vorsichtigen Zusatz von Soda-lösung oder Natronlauge in das Natronsalz übergeführt. In diese Mischung wird unter Rühren so lange Phosgen eingeleitet, bis saure Reaction eintritt. Die als brauner Schlamm ausgeschiedene Farbstoffsäure wird filtrirt, gepresst, dann mit der zur Bildung ihres Natronsalzes nöthigen Menge calcinirter Soda innig gemischt und auf dem Wasserbade getrocknet. Man erhält so ein braungelbes, in Wasser leicht lösliches Pulver, dessen Lösung ungebeizte Baumwolle im kochenden Seifenbade schön gelb färbt.

Einen Farbstoff mit sehr ähnlichen Eigenschaften erhält man durch Anwendung von Cresotinsäure statt der Salicylsäure.

Zur Darstellung von gelben Disazofarbstoffen wird die wie vorstehend erhaltene Amidoazoverbindung aus 10 k Salicylsäure in einem emaillirten Rührkessel in 500 l Wasser vertheilt und in das Gemenge, nach der Neutralisation mit Soda, bei gewöhnlicher Temperatur 12 k Thiophosgen langsam und unter starkem Rühren einfließen gelassen. Nach 12 stündigem Rühren ist die Reaction beendigt und die ausgeschiedene Farbstoffsäure wird, wie oben beschrieben, in ihr Natronsalz übergeführt.

Ein anderer Weg zur Darstellung dieses Farbstoffes beruht auf der Einwirkung von Schwefelkohlenstoff auf die Amidoazoverbindung. 1 k desselben wird z. B. mit 2 k Schwefelkohlenstoff, 5 k Alkohol und 1 k Kalhydrat 3 bis 4 Stunden am Rückflusskühler im Wasserbade gekocht; dann wird der Alkohol abdestillirt, der Rückstand in Wasser gelöst, daraus mit Salzsäure die Farbstoffsäure ausgefällt und letztere wieder in ihr Natronsalz übergeführt. Die färbenden Eigenschaften dieses Thioharnstoffderivats sind denen des nicht geschwefelten Gelb sehr ähnlich.

Patent-Ansprüche: 1. Verfahren zur Darstellung von Baumwolle ohne Beizen gelb färbenden Disazofarbstoffen (Azoderivaten des symmetrischen Diphenylharnstoffes) durch paarweise Combination von je 2 Mol. p-Amidobenzolazosalicylsäure bez. p-Amidobenzolazocresotinsäure mittels Phosgens.

2. Verfahren zur Darstellung von Baumwolle ohne Beizen gelb färbenden Disazofarbstoffen (Azoderivaten des symmetrischen Diphenylthioharnstoffes) durch paarweise Combination von je 2 Mol. der im Patentanspruch 1 genannten Amidoazoverbindungen mittels Thiophosgens bez. Schwefelkohlenstoffes.

Darstellung von gelb- bis rothbraunen Baumwollfarbstoffen. Nach Angabe der Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Cp. in Elberfeld (D.R.P. No. 46804)

vereinigen sich die in dem Handel unter dem Namen Bismarckbraun oder Vesuvin bekannten braunen Farbstoffe mit Diazo- bez. Tetrazoverbindungen zu neuen Producten, welche, soweit sie Sulfogruppen enthalten, Baumwolle ohne Beize im alkalischen Bade färben. Es werden z. B. 10 k reines Bismarckbraun, Triamidoazobenzol in Wasser gelöst und mit 8,5 k α -Diazonaphthalinsulfosäure versetzt. Nach 12 stündigem Stehen fügt man Soda bis zur alkalischen Reaction hinzu, kocht auf, wobei der Farbstoff in Lösung geht, filtrirt und salzt aus.

An Stelle der diazotirten Naphtionsäure lässt sich mit demselben Erfolg jede andere Naphtylaminsulfosäure setzen. Die so gebildeten Farbstoffe färben ungebeizte Baumwolle röthlich braun. Wendet man jedoch diazotirte Amidobenzol-, Amidotoluol-, Amidoxytol-, Amidoazobenzol-, Amidoazotoluol- und Amidoazoxylolsulfosäuren an, so bilden sich mehr gelbbraune Farbstoffe.

Alle diese Produkte zeigen jedoch die Eigenthümlichkeit, Baumwolle im alkalischen Bade ohne Seife echt zu färben.

Besser ziehende, aber auch bedeutend rötherne Farbstoffe bilden sich bei Verwendung der Sulfosäuren des Benzidins, Tolidins und des Diamidostilbens, der Benzidinmono-, -di-, -tri- und -tetrasulfosäuren, Benzidinsulfonmono- und -disulfosäure und Diamidostilbendisulfosäure. 10 k in Wasser gelöstes Bismarckbraun werden mit aus 8 k Benzidinmonosulfosäure erhaltener Tetrazodiphenylmonosulfosäure versetzt. Durch Hinzufügen von essigsaurem Natron scheidet sich der Farbstoff als ein in Wasser schwer lösliches, Baumwolle rothbraun färbendes Product aus. Man bildet das Natronsalz, filtrirt und trocknet.

Patent-Anspruch: Verfahren zur Darstellung von gelben bis braunrothen, direct färbenden Azo-farbstoffen durch Einwirkung der Diazoverbindungen von m- und p-Amidobenzolsulfosäuren, o- und p-Toluidinsulfosäuren, Amidoazobenzolmonosulfosäure, Amidoazobenzoldisulfosäure, Amidoazotoluolmonosulfosäure, Amidoazotoluoldisulfosäure, Amidoazoxylomonosulfosäure, Amidonaphthalinazobenzolmonosulfosäure, α - und β -Naphtylaminomonosulfosäuren, α - und β -Naphtylamindisulfosäuren und Tetrazoverbindungen von Benzidinmonosulfosäure, Benzidindisulfosäure, Benzidinsulfonmonosulfosäure, Benzidinsulfondisulfosäure, Tolidinmonosulfosäure, Tolidindisulfosäure, Diamidostilbendisulfosäure auf Triamidoazobenzol, Triamidoazotoluol und Gemenge derselben — die im Handel unter dem Namen Bismarckbraun bekannten Farbstoffe.

Darstellung brauner Farbstoffe, welche Baumwolle unmittelbar färben. Nach Angabe der Actiengesellschaft

für Anilinfabrikation in Berlin (D.R.P. No. 46 501) lässt sich der im ersten Beispiel der Patentschrift No. 46 328 (S. 142) beschriebene Farbstoff auch in der Weise herstellen, dass man das aus 1 Mol. Tetrazodiphenyl und 1 Mol. Salicylsäure herstellbare Zwischenproduct auf den aus 1 Mol. p-Diazobenzolsulfosäure und 1 Mol. Resorcin gebildeten Farbstoff einwirken lässt.

Man löst 36 k des Farbstoffes aus p-Diazobenzolsulfosäure und Resorcin in 1 cbm Wasser auf und versetzt diese Lösung mit dem aus Tetrazodiphenyl und Salicylsäure hergestellten Zwischenproduct. Zur Darstellung des letzteren sind erforderlich: 19,5 k Benzidin, 48 k Salzsäure, 6,9 k Natriumnitrit und 800 l Wasser einerseits und 15 k Salicylsäure, 14 k Natronlauge (von 40° B.), 30 k Soda und 200 l Wasser andererseits. Das Gemisch wird 24 Stunden sich selbst überlassen, dann aufgekocht und ausgesalzen. Der ausfallende Farbstoff wird abfiltrirt, abgepresst und getrocknet. Er färbt Baumwolle direct satt gelbbraun.

Wendet man an Stelle der p-Diazobenzolsulfosäure die m-Diazobenzolsulfosäure an, so entsteht ein Farbstoff von etwas gelberer Tönung.

Ein mit dem im zweiten Beispiel des Patentes No. 46 328 gleicher Farbstoff entsteht, wenn man das aus Tetrazodiphenyl und Salicylsäure herstellte Zwischenproduct auf den aus α -Diazonaphthalinsulfosäure aus Naphtionsäure und Resorcin gebildeten Farbstoff einwirken lässt. Zur Herstellung der letzteren Verbindung werden zur Anwendung gebracht: 31,7 k Naphtionsalz, 500 l Wasser, 26 k Salzsäure und 6,9 k Natriumnitrit in 100 l Wasser aufgelöst. Die so erhaltene Diazoverbindung lässt man in eine Auflösung von 11,5 k Resorcin, 26 k Natronlauge und 7,5 k Soda in 300 l Wasser einlaufen.

Der durch Kuppelung (Combination) von Benzidinazosalicylsäure mit Naphtionsäure-azoresorcin erhaltene Farbstoff färbt ungebeizte Baumwolle rothbraun. Einen Farbstoff von noch dunklerer Tönung erhält man durch Anwendung der von Laurent entdeckten α -Naphtylaminsulfosäure. Ersetzt man die Naphtionsäure durch die β -Naphtylamin- α -monosulfosäure oder β -Naphtylamin- β -monosulfosäure, so erhält man ebenfalls Farbstoffe, welche Baumwolle direct braun färben.

Ein ganz ähnlicher Farbstoff wird erhalten, wenn man in dem obigen Verfahren die Naphtionsäure durch die Amidoazobenzol-monosulfosäure oder Amidoazobenzoldisulfosäure ersetzt.

Patent-Anspruch: Neuerung in dem Verfahren des Patentes No. 46 328 zur Darstellung brauner Farbstoffe, darin bestehend, dass man die aus Benzidin und Salicylsäure hergestellte Zwischenverbindung combinirt mit den Azofarbstoffen aus Sulfanilsäure, m-Sulfanilsäure, Amidoazobenzolmonosulfosäure, Amidoazobenzoldisulfosäure, Naphtionsäure, α -Naphtylaminsulfosäure von Laurent, β -Naphtylamin- α -sulfosäure oder β -Naphtylamin- β -sulfosäure einerseits und Resorcin andererseits.

Stärke, Zucker.

Verfahren zum gleichmässigen Anwärmen und Auslaugen von Rübenschnitzeln. Nach J. Jelinek und M. Taussig (D.R.P. No. 46 023) stellt Fig. 84 den ideal aufgewickelten Theil zwischen Diffuseur A_1 und A_2 der Fig. 85 dar, mit der Vorrichtung zum Kreislauf des Saftes.

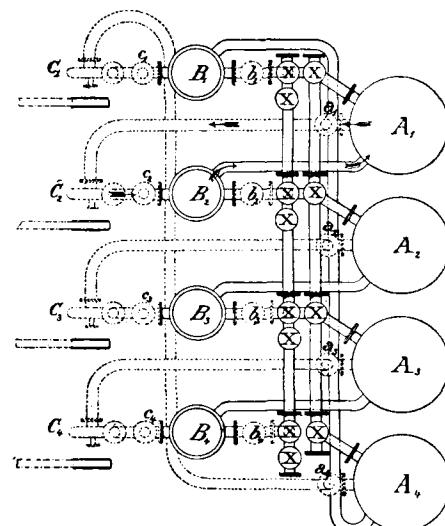
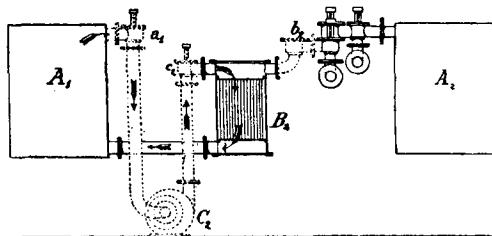


Fig. 84 u. 85.

Ist z. B. der Diffuseur A_1 , mit Rübenschnitzeln gefüllt, so wird derselbe entweder mit Wasser aus dem Druckbehälter oder mit Diffusionssaft aus dem vorhergehenden Diffuseur, hier A_4 , mittels der gewöhnlichen Verbindung x gefüllt, und zwar muss dieser Saft und das Wasser das zugehörige Wärmegefäß (Calorisator) B durchfliessen, in welchem er nicht wie früher heisser, als die Diffusions-temperatur es erfordert, gemacht, sondern

blos auf die normale Diffusionstemperatur angewärmt wird, so dass die Schnitzel nicht verbrüht werden können. Der Saft wird aus dem Diffuseur A_1 von der Pumpe C_2 bei geöffnetem Ventil a_1 abgesaugt und nach dem Wärmgefäß B_2 durch das Ventil c_2 gedrückt und dabei im Wärmgefäß stets auf die Diffusionstemperatur nachgewärmt, um dann in den Diffuseur A_1 zurückgeleitet zu werden. Dies dauert so lange, bis die richtige Diffusionstemperatur erreicht ist. Das Ventil b_2 ist während der Zeit durch Wasserdruck vom Wasserbehälter aus geschlossen.

Vacuumkocher für Zucker. Nach Havelka & Mesc (D.R.P. No. 45 611) sind die Ventile A (Fig. 86 u. 87) mit Rohrleitung R für directen Dampf, die Ventile B mit der Leitung für Rückdampf verbunden, so dass die damit durch Rohre a bez. b verbundenen zwei oberen Schlangen mit Voll- oder Rückdampf geheizt werden können, während die beiden unteren Schlangen nur Rückdampf erhalten. Rohre R führen das Dampfwasser ab. Die Ventile A_3 , A_4 für directen Dampf, B_3 , B_4 für den Rückdampf sind mittels der doppelten Stutzen m mit den Heizschlangen verbunden.

Sobald der durch Rohr R eintretende Zuckersaft die untere Heizschlange bedeckt hat, öffnet man Ventil B_1 , so dass der Dampf durch Rohr b_1 in die Spirale s_1 tritt; er strömt dann durch die ganze Spirale in den engsten Kreis derselben bis zum Übergangsknie k_1 , überströmt in die nächstfolgende untere Spirale in den engsten Kreis und durchströmt dieselbe in entgegengesetzter Richtung aus der engsten in die weiteste Windung bis zum Übergangsknie k_2 , von

da in die nächstfolgende Spirale und durchströmt dieselbe abermals in entgegengesetzter Richtung aus der weitesten in die engste Windung bis zum Übergangsknie k_3 und wird endlich von da durch das Rohr R_1

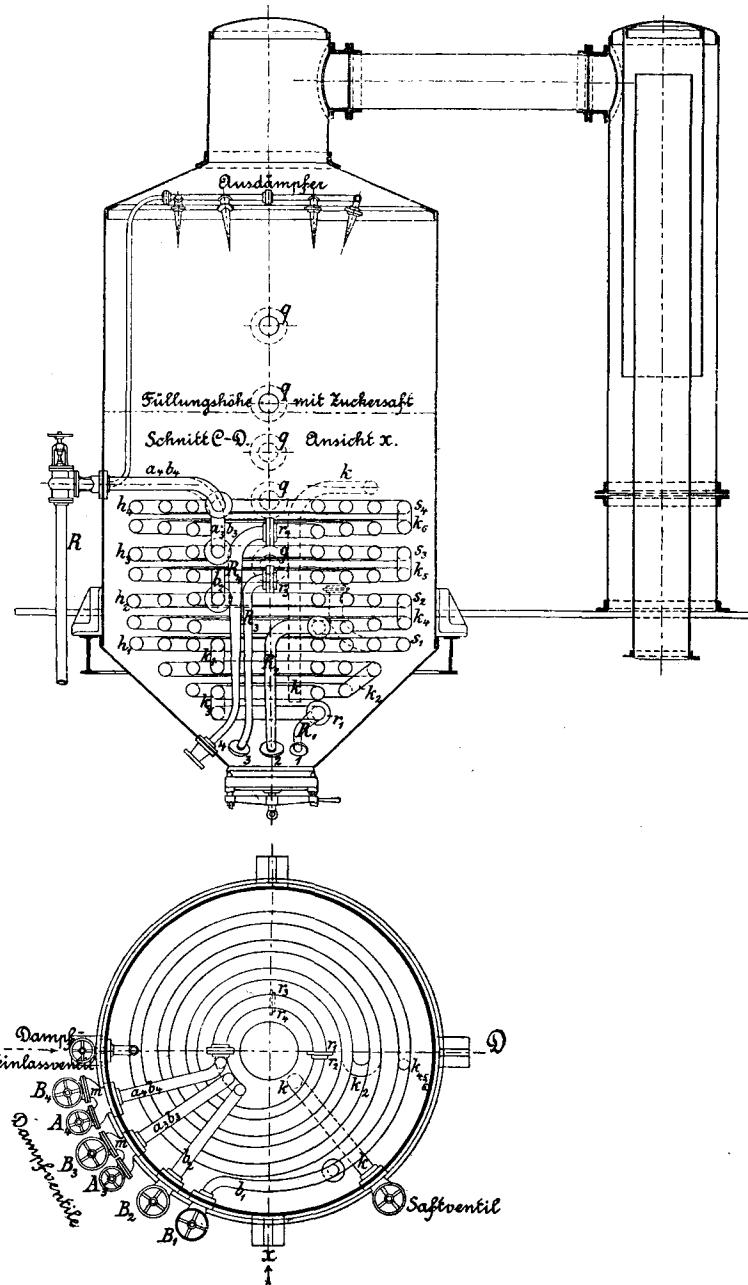


Fig. 86 u. 87.

aus dem Vacuum nach I abgeleitet und durch eine Rohrleitung zum sog. Central-Automaten geführt.

Nachdem der Saft im Vacuum so weit gestiegen ist, dass die höhere Spirale s_2 bedeckt ist, öffnet man das Ventil B_2 ; der Dampf tritt bei der Flantschenverbindung

II durch das Zuleitungsrohr b_2 in die Schlaufe, und zwar in die engste Windung der Spirale, geht aus der weitesten Windung durch Rohr k_4 in die nächstfolgende untere Spirale über und durchströmt dieselbe in entgegengesetzter Richtung aus dem grössten in den engsten Kreis und wird von da durch Rohr R_2 nach 2 abgeleitet. Sobald der Zuckersaft über die folgende Heizschlaufe gestiegen ist und die Spirale s_3 bedeckt hat, öffnet man Ventil B_3 ; der Dampf strömt durch a_3 b_3 bei Flantschenverbindung III in die Schlaufe, geht aus der grössten Windung durch k_5 in die grösste Windung der nächsten Spirale über und tritt aus deren kleinsten Windung durch Rohr R_3 nach 3 aus dem Vacuum.

Hat der Zuckersaft endlich die oberste Schlaufe bedeckt, so öffnet man das Ventil B_4 , so dass der Dampf bei IV durch Rohre a_4 b_4 in die Spirale s_4 strömt, um durch k_6 in die nächste Spirale überführt und durch R_4 nach 4 abgeleitet zu werden. Die Füllung geht nun weiter vor sich, bis das Vacuum zur bestimmten Höhe gefüllt ist; das Kochen wird dann zu Ende geführt.

Zum Filtriren von Zuckerrübensaft empfiehlt O. Bluhme (D.R.P. No. 46349) ausgepresste Rübenschitzel, wodurch nicht nur reinere Säfte, sondern auch werthvollere Schnitzel erhalten werden sollen. Die frisch ausgepressten Rübenschitzel werden in einer Höhe von etwa 5 m in ein Gefäß aufgeschüttet und mit einer Holzkeule o. dergl. festgedrückt und dann der eingedampfte Rübensaft darauf geschüttet, der nun langsam durchfiltrirt. Angeblich saugen die Schnitzel das Ammoniak ganz aus dem Saft, Kalk und andere Salze werden fast ganz zurückgehalten, wie ebenfalls sämmtliche Melassebilder, so dass die Reinheit des Saftes sich von 91,5 auf 96,5 bis 96,8 erhöht.

Melasseentzuckerung mit Calciumoxychlorid. Nach C. Bögel (D.R.P. No. 46019) mischt man auf einem Koller-gang gepulvertes Chlorcalcium mit gepulvertem gebrannten Kalk und wenig Wasser. Gibt man in eine abgekühlte, mit Kalk gesättigte wässrige Zuckerlösung, welche in 1 hl 5 bis 12 k Zucker enthält, dieses Pulver unter Umrühren hinzu, so soll fast sämmtlicher Zucker der Lösung als unlöslicher Zuckerkalk niederfallen; die Flüssigkeit trennt man vom Niederschlag mittels einer Filtrirvorrichtung, reinigt den gesammelten Niederschlag des unlöslichen Zuckerkalkes durch Auswaschen mit heissem Wasser und verarbeitet dann den so gereinigten Zuckerkalk in bekannter Weise auf Zucker.

Die Laugen werden calcinirt und das so erhaltene Chlorcalcium wieder zur Darstellung von basischem Chlorcalcium verwendet, bis durch die wiederholte Benutzung ein Umkristallisiren des Chlorealciums nothwendig wird.

Oder man setzt nur soviel basisches Chlorcalcium zu der mit Kalk gesättigten Zuckerlösung, dass ungefähr 50 Proc. des Zuckers der Lösung ausgefällt werden; hierauf trennt man mittels Filterpressen die Flüssigkeit vom Zuckerkalk; die Mutterlauge erhitzt man zum Sieden und gibt kurz vor dem Beginn des Kochens Natron oder Kali hinzu. Dadurch wird Chlornatrium bez. Chlorkalium gebildet, welches in Lösung bleibt, während der andererseits gebildete Zuckerkalk unlöslich sich ausscheidet; der so erhaltene Zuckerkalk wird ebenfalls mittels Filterpressen von der Flüssigkeit getrennt, gereinigt und auf bekannte Art auf Zucker verarbeitet.

Zum Decken der Zuckerbrode ist nach J. Kreutz und F. Schipper (D.R.P. No. 45 675) das Sammelrohr α (Fig. 88)

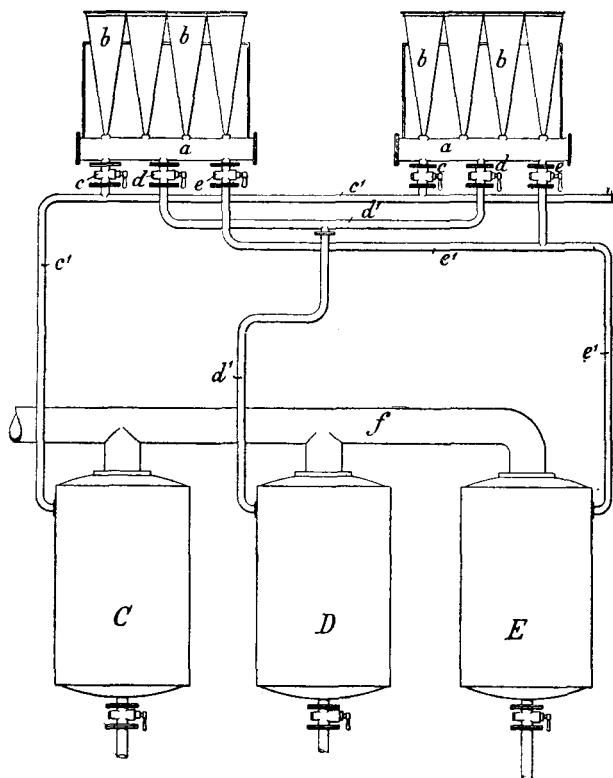


Fig. 88.

jeder Nutschbatterie, in welche die Formen b in der bekannten Weise eingesetzt sind, mit drei Abflusstutzen versehen, an welchen Hähne c d e angebracht sind. Die Hähne c

beider Nutschbatterien sind durch eine Rohrleitung c^1 mit einem Behälter C verbunden, die Hähne d durch eine Rohrleitung d^1 mit Behälter D und die Hähne e durch ein Rohr e_1 mit Behälter E . Die Behälter CDE , von welchen der eine zum Auffangen des Grünsyrups, der zweite zum Sammeln des halbweissen Syrups und der dritte für weissen Syrup bestimmt ist, besitzen unten Ablasshähne, während sie am höchsten Punkte mit einem Rohr f verbunden sind, an welchem die Nutschpumpe saugt.

Um mittels einer so eingerichteten Nutschbatterie Zuckerbrode zu decken, werden die Formen gleich nach dem Erstarren und Abkühlen der Füllmasse auf die Nutschbatterie gebracht und mit Deckklärsel beschickt, worauf man die Nutschpumpe in Thätigkeit setzt. Auf diese Weise soll man die Brode in 24 bis 30 Stunden „nett“ decken, während das bisherige Verfahren des Deckens auf Tischen 4 bis 5 Tage in Anspruch nahm. Zwischen dem Tage des Kochens und dem Einsetzen der Brode in die Trockenstube vergingen bei Anwendung des alten Verfahrens 10 bis 12 Tage, während mit Hülfe der Nutschbatterie gedeckte Brode schon am sechsten Tage in die Trockenstube gebracht werden können.

Im Vergleich mit dem Decken in den sog. Brodcentrifugen soll das neue Verfahren den Vortheil haben, dass dabei mindestens die Hälfte an Deckkläre erspart und die Leistungsfähigkeit der Brodcentrifugen auf das Doppelte erhöht werden soll, indem dieselben blos zum Trockenschleudern der Brode benutzt werden.

Zur Verzuckerung von Stärke wird nach P. Degener (D.R.P. No. 46110) die Stärke mit einer Lösung bereits verzuckerter Stärke verkleistert, dann auf die Verzuckerungstemperatur gebracht, Malzauszug zugesetzt und nach geschehener Verzuckerung aufgekocht. Die so gewonnene Lösung von Maltose und Maltodextrin dient wiederum zur Verzuckerung einer neuen Menge Stärke, bis ihre Concentration auf 40 bis 50° Brix gestiegen ist. Es soll auf diese Weise eine hellere Farbe der Producte, vollkommenere Verzuckerung, ein besserer Geschmack und wesentliche Ersparnisse an Abdampfkosten und Malz erreicht werden.

Der Malzauszug wird derart hergestellt, dass man Wasser von etwa 30° ein System von mit einander in Verbindung stehenden Auslaugegefassen, in welchem sich das zerkleinerte Malz befindet, in der Weise durchfliessen lässt, dass das frisch hinzulaufende Wasser immer mit dem am meisten erschöpf-

ten Malz in Berührung kommt, der concentrirte Auszug aber mit frischem Malz, um eine concentrirte Diastaselösung zu erzielen, welche die Lösungen der verzuckerten Stärke nur unerheblich verdünnt. Die Auslaugevorrichtung wird ähnlich den Diffusionsanlagen der Rübenzuckerfabrikation ausgeführt.

Fettindustrie, Leder u. dgl.

Glycerinbestimmung. O. Hehner (J. Chem. Ind. 1889 S. 4) verwirft auf Grund vergleichender Untersuchungen über die gebräuchlichsten Verfahren zur Bestimmung von Glycerin in Rohglycerin, Seifenlaugen u. dgl. die directe Bestimmung mit Hülfe von Alkohol und Äther und das Bleioxydverfahren, empfiehlt dagegen die Oxydirung mit Chromsäure und das Benedikt- und Cantor'sche Acetinverfahren (Z. 1888 S. 460).

Bei der Bestimmung mit Kaliumbichromat ist eine vorhergehende Fällung der Probe mit Silberoxyd zur Entfernung von Chlor, Aldehyd u. dgl. nothwendig, ebenso ein Zusatz von basisch-essigsaurem Blei. Bei dem massanalytischen Verfahren ist zu beachten, dass Triacetin etwas flüchtig ist, es sind daher sämmtliche Erhitzungen nur unter Anwendung des Rückflusskühlers vorzunehmen. Wichtig ist die Verwendung von vollständig entwässertem Natriumacetat. Hehner erhielt z. B. bei einer Probe mit 98,5 Proc. Glycerin nach Zusatz von nicht ganz wasserfreiem Acetins 65,9 bis 74,4 Proc., bei einer zweiten mit 79,2 nur 67,6 Proc. Die Lösung des Triacetins ist möglichst schnell zu vollenden, da sich dasselbe mit Wasser allmählich zersetzen soll. Der hierdurch entstehende Glycerinverlust beträgt z. B. nach 1 Stunde mehrere Procente. Die Neutralisirung der freien Säure muss sehr vorsichtig unter fortwährendem Schütteln vor sich gehen, jeder, selbst ein örtlicher Alkaliüberschuss ist zu vermeiden. Die Ergebnisse sind dann unbrauchbar, selbst wenn ein geringer Überschuss gleich wieder mit Säurezusatz unschädlich gemacht würde. Eine Rohlauge mit 50 Proc. Glycerin ergab nur 40 Proc. Die Triacetinlösung der betreffenden Probe war nach der Neutralisirung der Essigsäure nur ganz kurze Zeit mit freiem Alkali stehen gelassen. (Vgl. S. 3 d. Z.)

Bei Beachtung dieser Vorsichtsmassregeln sollen die Ergebnisse des Bichromat- mit dem Acetinverfahren übereinstimmen. Einige derselben enthält die umstehende Zusammenstellung.

Das Glycerin in Seifenlaugen mit weniger als 30 Proc. ist nur mit Chromat zu bestimmen. Bei Seifen und Fetten verfährt

	Chromat-Verfahren	Acetin-Verfahren
Reines Glycerin	98,4	98,5
Rohes -	81,4	81,4
- -	80,5	80,9
- -	77,8	78,0
Conc. Rohlaugen	32,8	31,5
- -	50,5	50,9

Hehner in folgender Weise: 3 g der Probe werden mit alkoholischem Kali verseift, der Alkohol nicht entfernt, die Seifenlösung zu 200 cc verdünnt. Nachdem die unlöslichen Fettsäuren mit Schwefelsäure abgeschieden sind, wird filtrirt, ausgewaschen, und die etwa 500 cc betragende Flüssigkeit auf die Hälfte in einem überdeckten Gefäß eingekocht. Man setzt nun Bichromat und Schwefelsäure zu und verfährt in bekannter Weise.

Bei der Aschenbestimmung von Rohglycerin soll das Platingefäß nicht rothglühend werden. Hehner schlägt vor, die Probe zu verkohlen und die Kohle nach dem Befeuchten mit Schwefelsäure nun über einem Bunsenbrenner weiss zu glühen. Das Gewicht des Rückstandes mit 0,8 multiplicirt ergibt die Asche.

Von einer Rohglycerinsendung von England nach Hamburg wurden gleiche Theile einer Probe durch verschiedene Chemiker untersucht, es fanden:

1. der Käufer . . 71,9 Proc.
2. Fresenius . . 73,74 -
3. Schalkwyku. } Penning } 76,63 -
4. Tate 77,24 -
5. Hehner . . a 79,35 - b 79,29 Proc.

1. Alkohol-Äther-Ausziehung, 2. Permanganat-, 3. und 4. Bleioxyd-, 5a Bichromat- und 5b Acetinverfahren.

In der Besprechung, welche dem Vortrage folgte, theilte F. Reid die bei der Nitroglycerinherstellung gebräuchliche Glycerinuntersuchung mit, wobei jedoch zu berücksichtigen ist, dass nur reine Waare in Betracht kommt. Proben, welche viel Chlor enthalten und mit Schwefelsäure schwach erhitzt, diese färben, sind zu verwerfen. Die Aschenbestimmung wird ohne weitere Vorsichtsmassregel vorgenommen und das Glycerin zurückgewiesen, wenn der Rückstand beträchtlich ist. Die beste Prüfung ist die Nitrirung der Probe, welche mit den gleichen Säuren und genau wie im Grossen ausgeführt wird.

Zur Bestimmung des Glycerins in Rohglycerin für die Technik empfiehlt Reid das Abdestilliren mit überhitztem Wasserdampf.

-e.

Dünger, Abfall.

Zersetzung organischer Stoffe. Th. Schlösing (C. r. 108 S. 205) sucht die Frage der Stickstoffentwickelung bei den Zersetzung der organischen Stoffe in der Natur durch folgende Versuchsanordnung zu entscheiden. Der Ballon A (Fig. 89),

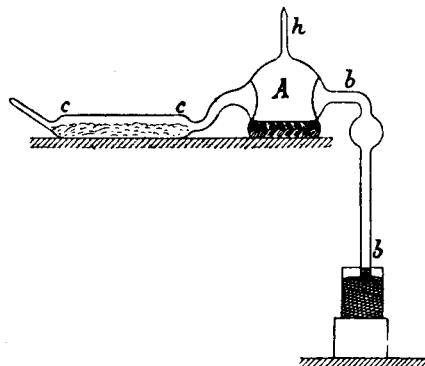


Fig. 89.

welcher von 750 bis 1000 cc hält, ist mit den Ansätzen b und c verschmolzen; das Ende von c ist ausgezogen. Man beschickt das wägegerechte Rohr mit 20 bis 40 g Natriumcarbonat, welches durch Erhitzen von Bicarbonatstückchen hergestellt ist, nebst $\frac{2}{3}$ dieses Gewichts Wasser und stellt so eine sehr poröse Masse dar, welche zur Aufnahme der Kohlensäure dient, welche während des Versuchs entwickelt wird. Die mit befeuchteten Bimssteinstückchen gemischten organischen Stoffe bringt man durch den oberen Ansatz h in den Kolben und schmilzt zu. Die Kugel des Rohres b enthält etwas feste Oxalsäure auf einem Asbestpausch, um das Ammoniak zurückzuhalten, welches sich während des Versuchs entwickelt. Nachdem nun die Spitze von c verschmolzen ist, wird die Anordnung luftleer gemacht, indem man Rohr b mit der Luftpumpe in Verbindung setzt und c schwach erwärmt. Man führt nun eine genau gemessene Menge reiner Luft in die Apparate ein und verschließt darauf b durch Eintauchen in Quecksilber. Dieses steigt in dem Rohre auf, in dem Maasse, in welchem der Sauerstoff verbraucht wird, und würde eine Höhe von etwa 16 cm erreichen. Schlösing führt jedoch mit Hülfe des Fig. 90 abgebildeten Volumeters so viel Sauerstoff ein, dass die Höhe der Quecksilbersäule höchstens 10 cm beträgt.

Die Pipette P (Fig. 90) fasst etwa 100 cc, der Hals c ist in mm getheilt und theilweise von einer Wasserflasche umgeben, von welcher der Boden abgesprengt ist. An die Spitze a ist die Capillarröhre a' angegeschmolzen. Der Hals c und die Wasser-

flasche stehen durch die Röhren *d* mit dem Quecksilberbehälter *F* in Verbindung. Dieser kann auf der schiefen Ebene *E* bewegt und auch auf das Gestell *S* gestellt werden; bei *e* befindet sich ein Quetschhahn.

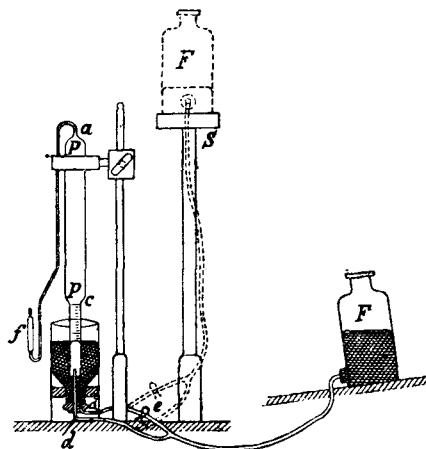


Fig. 90.

Man füllt *P* bis *a* mit Quecksilber, stellt zu diesem Zwecke *F* auf *S* und schliesst *e*. Darauf setzt man *F* nach *E* zurück, nachdem zuvor die Capillare bei *f* verschlossen ist und leitet reinen Sauerstoff in die Pipette ein, welche zu diesem Zwecke in eine gewöhnliche Quecksilberwanne gestellt und nach der Füllung auf den ersten Platz zurückgebracht wird. Man öffnet nun den Quetschhahn *e* und verschiebt *F* auf der schießen Ebene *E*, bis die Oberflächen der Quecksilberstände in dem Pipettenhalse, der Wasserflasche und der Quecksilberflasche sich in gleicher Höhe befinden. Der Sauerstoff steht unter dem atmosphärischen Drucke. Nach geschehener Messung verbindet man die Capillare mit dem Rohre *b* (Fig. 89), stellt *F* wieder auf Gestell *S* und drückt den Sauerstoff in die Kugel *A* hinein.

Nachdem die Zersetzung beendet ist, werden die Gase aus dem Ballon *A* mit Hilfe einer Pumpe abgesaugt und unmittelbar in eine Gasbürette übergeführt. Zwischen Pumpe und Ballon wird eine Schwefelsäurewaschflasche eingeschaltet, welche durch Eis gekühlt werden muss.

Verschiedenes.

Verband deutscher Chemiker. Von Leipzig aus ist ein Rundschreiben an verschiedene Chemiker verschickt, welches mit dem Satze beginnt:

„Der Kampf um die Existenz, die socialen Missverhältnisse, dies alles hat bewirkt, dass fast in jedem Stande Verbände gegründet sind, deren Zweck es ist, seinen Mitgliedern in allen Lebensfällen thatkräftig zur Seite zu stehen....“

Der Statutenentwurf lautet:

§ 1. Der Verband deutscher Chemiker soll juristische Persönlichkeit werden, er hat seinen Sitz in Leipzig.

§ 2. Die Zwecke des Verbandes sind die Sicherung seiner Mitglieder in den Nothfällen des Lebens a) durch Stellenvermittlung, b) Unterstützung bei Stellenlosigkeit, c) Rechtsschutz¹⁾, d) ev. Gründung von Versorgungskassen. Weiterhin betrachtet es der Verband als seine Aufgabe, den Chemikerstand in jeder Beziehung zu heben und die Interessen der Chemiker im Allgemeinen, sowie seiner Mitglieder im Besonderen zu vertreten. Andere Mittel, die geeignet sind, die Hebung des Chemikerstandes zu befördern, sind nicht ausgeschlossen. Alle politischen und religiösen Bestrebungen sind ausgeschlossen.

§ 3. Aufnahmefähig sind: akademisch oder polytechnisch gebildete Chemiker des deutschen Reiches. Die Mitgliedschaft ist an einen besondern Wohnort nicht gebunden.

§ 4. Die ordentlichen Mitglieder des Verbandes haben bei ihrem Eintritte in denselben M. 5 Eintrittsgeld zu erlegen und die Statuten schriftlich anzuerkennen. Der laufende Beitrag beträgt jährlich M. 3[“] . . .

¹⁾ Gegen wen? D. Red.

Angelegenheiten der Deutschen Gesellschaft für angewandte Chemie.

Als Mitglieder werden vorgeschlagen:

Dr. Hermann Bauer, Repetent und Assistent für Chemie am K. Polytechnikum in Stuttgart (durch Prof. v. Marx).

Dr. C. Beck, Stuttgart, Urbanstr. 53 (durch Prof. C. Hell).

Dr. H. Eurich, Assistent am städt. Untersuchungsamt in Cannstatt, Carlstr. 19 (durch Dr. J. N. Zeitler).

W. Hewell, Aachen, Römerstr. 17 (durch Prof. Claassen).

Dr. H. Jaenke, Gelsenkirchen, Kirchstr. 1 (durch Dr. Rempel).

Dr. Hermann Reusch, Assistent für Chemie am K. Polytechnikum in Stuttgart (durch Prof. v. Marx).

Dr. Ed. Seelig, Privatdocent der Chemie, Stuttgart, Gymnasiumstr. 14b I (durch Prof. C. Hell).

Dr. C. Seippel, Chemisches Laboratorium, Unter-Barmen (durch O. Krüger).

Dr. Joachim Wiernik, Chem. Fabrik Dieuze, Elsass-Lothringen (durch Prof. G. Lunge).

Der Vorstand.

Hannoverscher Bezirksverein. Die gut besuchte Versammlung am 9. März beschäftigte sich vorwiegend mit der Besprechung des vom Vorstande verschickten Fragebogens.

Zunächst legte Ref. das Rundschreiben von Böttcher (Assistent in Möckern-Leipzig) vor (s. vorige Seite). Die Schreibweise und das Versprechen für 3 Mark jährlich Unterstützung bei Stellenlosigkeit, Rechtsschutz (?), Versorgungskassen u. dgl. zu gewähren, sowie die Forderung, den Sitz des neuen Vereins nach Leipzig (bez. Möckern) zu verlegen, seien sonderbar. Das Schlagwort: „Hebung des Chemikerstandes“ sei verwerflich. Ein Chemiker, welcher bei entsprechender Bildung etwas Tüchtiges leistet, sei gesellschaftlich ebenso angesehen wie ein Arzt, stud. Lehrer oder Jurist. Die Forderung nach „Hebung des Chemikerstandes“ sei eine Selbsterneidigung! Zu bedauern sei ja allerdings, dass sich auch solche Leute „Chemiker“ nennen, welche nur irgend eine Fachschule besucht oder auf der Hochschule nichts gelernt haben. Um diese Leute künftig von dem wissenschaftlich gebildeten Chemiker zu scheiden, müsse eben das Staatsexamen eingeführt werden. Die Sonderbestrebungen Böttcher's seien daher in keiner Weise zu unterstützen. — Die Versammlung ist damit einverstanden, indem noch von verschiedenen Seiten auf die eigenthümliche Schreibweise hingewiesen wird.

1. Die Besprechung der ersten Frage: Vorbildung und Staatsexamen, an welcher sich besonders Borchers, Hartmann (Gast), Hauers, Prinzhorn, Riemann, Schlösser und Schnutz beteiligten, ergab bez. der Vorbildung die volle Zustimmung zu den Ausführungen Lunge's (Z. 1888 S. 336) und führte bez. der Frage des Staatsexamens zu folgendem Beschluss:

Es ist durchaus wünschenswerth, dass den studirenden Chemikern Gelegenheit geboten wird, ein Staatsexamen zu machen, welches — ähnlich wie das Examen für Ärzte — ganz unabhängig von der Doctorpromotion und über derselben stehend, unerlässlich ist für jeden Chemiker, welcher eine öffentliche Stellung (Untersuchungsamt, Gerichtschemiker u. s. w.) einnehmen will, freiwillig, aber wünschenswerth, für diejenigen, welche zur Industrie übergehen wollen. Der Geprüfte erhält einen entsprechenden Titel („Regierungchemiker“ o. dgl.).

2. Die Frage: sind einheitliche Untersuchungsverfahren wünschenswerth (vgl. Z. 1888 S. 371), wurde einstimmig bejaht.

3. Preisausschreiben. Es wurden keine bestimmten Vorschläge gemacht; als geeignet erscheinen nur analytische Fragen.

4 u. 5. Unterstützungskasse, Alters- und Invaliditätsversorgung. Ref. hob hervor, eine Unterstützung sei — weil als „Almosen“ aufzufassen — für jeden Gebildeten niederdrückend und beschämend. Die vom Verein analytischer Chemiker übernommene Unterstützungskasse sei daher als solche baldigst zu beseitigen. Dagegen sei dringend nötig, dass jedem Mitgliede unserer Gesellschaft Gelegenheit gegeben werde, sich gegen alle Unbillen des Lebens zu versichern, so dass er bei etwaigen Unglücksfällen nicht auf Almosen angewiesen sei, sondern ein wohlerworbenes Recht auf Entschädigung habe. Zwar sei ein Theil der Mitglieder bereits durch die Berufsgenossenschaft versichert, andererseits sei unsere Gesellschaft wohl noch zu klein, um schon jetzt eine selbstständige Versorgungskasse zu bilden. Es sei daher mit einer grossen Versicherungsgesellschaft ein Vertrag abzuschliessen (bez. der Vertrag mit der Stuttgarter Bank entspr. zu ändern), nach welchem sich die Mitglieder unserer Gesellschaft unter möglichst günstigen Bedingungen versichern könnten. Auch ein Anschluss an die Versicherungskasse des Privatbeamtenvereins sei zu erwägen. Eine Versicherung gegen Unfall und Invalidität sowie Altersversorgung sei jedem Chemiker dringend zu empfehlen, auch wenn er sich zur Zeit in noch so glänzenden Verhältnissen befindet.

Die lebhaften Verhandlungen führten zu dem einstimmigen Beschluss, für die Hauptversammlung bez. Anträge zu stellen.

6. Die Ermässigung des Mitgliedsbeitrages auf 16 Mark ist wünschenswerth, um den jüngeren Chemikern den Beitritt möglichst zu erleichtern.

7. Es ist Aufgabe eines jeden Mitgliedes in fraglicher Richtung zu wirken.

8. Die Verhandlungen über diese Frage führen zur Annahme des Antrages von Riemann: Es ist darauf hinzuwirken, dass alle Stellengesuche in dem Anzeigetheil der Zeitschrift zu einem sehr mässigen Preise Aufnahme finden und dass die Bewerbungen um eine ausgeschriebene Stelle ohne Portozuschlag befördert werden. Wenn erforderlich, ist hierfür ein Zuschuss aus der Gesellschaftskasse zu gewähren.

In der Voraussicht, dass sich auch in anderen Städten Nordwestdeutschlands Bezirksvereine bilden, wurde die bisherige Bezeichnung „Nordwestdeutscher Bezirksverein“ (vgl. S. 86 d. Z.) in „Hannoverscher Bezirksverein“ umgewandelt. —

Nach Schluss der fast dreistündigen Verhandlungen blieben die Mitglieder noch einige Zeit zusammen, entspr. Satz 11, f der Satzungen d. D. G. f. a. Ch.: „Gesellige Unterhaltung zur persönlichen Annäherung der Mitglieder.“

F.