

WYDZIAŁY POLITECHNICZNE KRAKÓW

BIBLIOTEKA GŁÓWNA



5196

L. inw.

Biblioteka Politechniki Krakowskiej



100000294710

Die Kohlenglühfäden
für elektrische Glühlampen



In Kürze erscheint als Ergänzung zu vor-
liegendem Werk vom gleichen Verfasser:

Die Herstellung elektrischer Glühlampen

Die
Kohlenglühfäden
für elektrische Glühlampen

ihre Herstellung, Prüfung und Berechnung

Von

Heinrich Weber, Elektrochemiker

Betriebschemiker des Zirkonglühlampenwerkes Dr. Hollefreund & Co., Berlin

Mit 102 in den Text gedruckten Figuren

F. Nr. 27 224



Hannover

Dr. Max Jänecke, Verlagsbuchhandlung

1907

26.16

Alle Rechte vorbehalten.

II 5196



Vorwort.

Sowohl in der deutschen als auch in der ausländischen technischen Literatur ist jedes Gebiet der Elektrotechnik, sei es ein wissenschaftliches oder technisches, in den letzten Jahren in ausgiebigem Maße durch ausführliche Spezialwerke bereichert worden. Dies bedeutet für den, der ein Spezialgebiet beherrschen möchte, einen sehr großen Vorteil. Jeder Techniker oder Gelehrte, der sich berufen fühlt, seine durch Studium und praktische Erfahrung erworbenen Kenntnisse schriftlich niederzulegen und so einem weiten Leserkreis zugänglich zu machen, wird naturgemäß sein Thema individuell behandeln. Es wird auf diese Weise ein und dasselbe Gebiet von verschiedenen Gesichtspunkten aus beleuchtet werden; es kommt so ein interessanter und den Leser zum Nachdenken zwingender Zug in die verschiedenen Darstellungen.

Eine einzige, in den Kreisen der Glühlampentechniker oft empfundene Ausnahme macht die Herstellung der Glühfäden und die Fabrikation der Glühlampe, d. h. desjenigen Beleuchtungskörpers, der in verhältnismäßig kurzer Zeit eine ganz gewaltige Entwicklung gefunden hat und jetzt millionenweise auf den Markt gebracht wird. Es sind wohl in den Jahren 1890 und 1894 zwei kleine Bücher auf diesem Gebiet erschienen, die neben sehr geringer Ausführlichkeit wertlos geworden und heute vollkommen veraltet sind. Seit dieser Zeit sind trotz des gewaltigen Aufschwunges dieser Fabrikation nur wenig weitere Veröffentlichungen erfolgt, die durchgängig sich in wenig intensiver Weise mit der Fabrikation selbst befassen; selbst die Notizen und Abhandlungen in elektrotechnischen Zeitschriften sind recht spärlich.

Was die Fabrikation des lichtgebenden Körpers, des Kohlenfadens, anbelangt, so ist bisher überhaupt noch nichts Maßgebendes zur Veröffentlichung gelangt. Einen allerdings nur sehr geringen Aufschluß über die verschiedenen Methoden

der Herstellung gibt nur die Patentliteratur, die in reichlichem Maße für die Entwicklungsgeschichte benutzt worden ist. Der Grund der Spärlichkeit der Veröffentlichungen ist wohl darin zu suchen, daß die Glühlampenfabriken ebenso wie die Kohlenfadenspezialfabriken ihre Fabrikationsmethoden so geheim wie möglich halten, so daß sehr selten etwas in die Öffentlichkeit durchzusickern vermag.

An dieser Stelle sei gleich ein Irrtum Zellners, der ihm in seinem Buche: „Die künstlichen Kohlen für elektrotechnische und elektrochemische Zwecke“ untergelaufen ist, berichtigt. Zellner gibt auf Seite 2 seines Buches an, daß die Fabrikation der Glühlampenfäden nicht selbständig betrieben wird, sondern naturgemäß einen Teil der Glühlampenfabrikation selbst bildet. Aus diesem Grunde hat er von einer Beschreibung derselben abgesehen. Diese Ansicht entspricht nicht den Tatsachen. Es gibt heute Glühfadenspezialfabriken, die Glühfäden zum Verkauf herstellen und sich einen ausgezeichneten Ruf erworben haben. Ich nenne nur Namen, wie Lüdecke in Augsburg-Lechhausen und Planchon in Paris.

Um nun die bestehende Lücke in der elektrotechnischen Fachliteratur auszufüllen, habe ich mich auf Grund meiner langjährigen Erfahrungen auf diesem Spezialgebiete entschlossen, meine Erfahrungen zu veröffentlichen, und zwar so eingehend als möglich. Das vorliegende Buch soll den Zweck erfüllen, dem Nichtfachmann einen Einblick in diese interessante Industrie zu gewähren, dem Fachmann aber zur Unterstützung zu dienen.

Auch an dieser Stelle möchte ich nicht unterlassen, Herrn Techniker Bruno Mahrholz, Charlottenburg, meinen Dank für die sorgfältige Ausführung der Zeichnungen und Skizzen auszusprechen, ebenso einigen Fabriken, die mir Material für einige der verwendeten Apparate gütigst überlassen haben.

Berlin, im August 1906.

Heinrich Weber.

Inhaltsverzeichnis.

	Seite
I. Einleitung	1
II. Entwicklung der Glühfadenfabrikation	4
A. Herstellung von Fäden aus reiner Kohle	4
B. Verfahren, nach welchen den Kohlen noch besondere lichtemittierende Substanzen beigemischt werden	19
C. Verfahren zur Herstellung hohler Kohlen	26
III. Die heutigen modernen Verfahren	28
A. Vorbemerkungen	28
B. Das Eisessigkollodiumverfahren	30
1. Die Rohmaterialien, ihre Eigenschaften und Untersuchung	30
a) Kollodiumwolle	30
b) Eisessig	34
c) Gelatine	35
d) Alkalikarbonat	35
e) Schwefelammonium	36
2. Die Herstellung und Eigenschaften der Spritzmasse	37
3. Das Filtrieren der gelösten Masse	40
4. Die Untersuchung der Masse	43
C. Das Chlorzinkverfahren	44
1. Rohmaterialien	44
a) Baumwolle	44
b) Chlorzinklauge	45
2. Herstellung der Masse	45
D. Das Kupferoxydammoniakverfahren	46
E. Einige andere Verfahren	49
IV. Das Spritzen oder Pressen der massiven, runden Fäden	51
A. Vorbemerkungen	51
B. Die Herstellung der Düsen	54
C. Die Prefsapparate	58
D. Die Spritz- oder Fädensammelgefäße	66
E. Die rotierenden Spritzgefäße	68
F. Die Koagulierflüssigkeiten	73

VIII

	Seite
V. Das Spritzen der hohlen, runden Fäden	74
VI. Das Waschen der Fäden	77
A. Waschen der Nitrozellulosefäden	77
B. Waschen der Chlorzinkfäden	80
C. Waschen der Kupferoxydammoniakfäden	81
VII. Das Denitrieren oder Reduzieren der Nitrozellulosefäden	82
VIII. Das Aufwickeln und Trocknen der Fäden	88
IX. Das Abschneiden und Messen der Fäden	98
X. Das Biegen und Vorbereiten der Fäden zum Karbonisieren	103
XI. Der Glühprozess oder das Karbonisieren der Fäden . .	115
A. Vorgänge während des Glühprozesses	115
B. Glühvorschriften	119
C. Das Vorkarbonisieren	121
D. Das Fertigkarbonisieren	122
E. Die Temperaturkontrolle	126
F. Elektrisches Glühen	130
XII. Die Berechnung der Kohlenfäden	133
A. Die runden, massiven Kohlen	135
B. Die runden, hohlen Kohlen	140
C. Die Anordnung der Kohle in der Lampe	141
XIII. Das Präparieren der Kohlen	146
A. Das Wesen des Präparierens und die Vorgänge während desselben	146
B. Die geschichtliche Entwicklung des Präparierens	157
C. Das moderne Präparierverfahren	164
D. Die Kontrolle des Widerstandes der präparierten Kohlenfäden	167
Schlusswort	171
Namenregister	173
Sachregister	174

I. Einleitung.

Die Fabrikation elektrischer Lampen ist in verhältnismäßig kurzer Zeit ins Ungeheure gestiegen, trotzdem die elektrische Beleuchtung bei weitem nicht die billigste ist. Der Grund ist wohl darin zu suchen, daß die Stromkosten immer geringer werden, und daß die Anbringung und Bedienung der Lampen eine sehr einfache ist. Der großartige Aufschwung, den die Glühlampenfabrikation genommen hat, beruht hauptsächlich auf einer weitgehenden Verbesserung der in erster Linie zur Fabrikation notwendigen Glühkörper.

Man kann nun in der Entwicklungsgeschichte der Herstellung von Glühkörpern für elektrische Vakuumlampen drei genau präzierte Richtungen unterscheiden, nach welchen man arbeitete, um zu brauchbaren Glühkörpern zu gelangen. Nachdem das von Edison bevorzugte Platinmetall endlich verworfen worden war und man erkannt hatte, daß Kohle zur Herstellung von Glühkörpern infolge ihres hohen spezifischen Widerstandes und ihrer Dauerhaftigkeit und Unschmelzbarkeit viel besser geeignet sei, war die erste Richtung zur Erzeugung von Glühkörpern gegeben. Man versuchte dieselben aus reiner Kohle herzustellen. Zuerst verwendete man natürlicherweise die bekannte Retortenkohle, die in dünne Tafeln und dann in Stäbchen geschnitten wurde. Die Fabrikation dieser Stäbchen war aber so mühsam und der Ausschufs hierbei so groß, daß man bald versuchte, auf anderem Wege zum Ziele zu gelangen. 1878 verwendeten Sawyer und Man Kohlenfäden oder eigentlich Kohlenstreifen, die aus verkohltem Papier erzeugt worden waren; ihre Haltbarkeit und Gleichmäßigkeit konnte naturgemäß nur eine sehr geringe sein. Edison stellte deshalb Fäden aus Kohle her, indem er Bambusrohr, nachdem es vom Mark befreit worden war, zuerst in dünne quadratische Stäbchen zerschnitt und diese dann mit Hilfe eines stählernen

Zieheisens zu Fäden mit dreieckigem oder rundem Querschnitt verarbeitete. Der erste Schritt zur Herstellung eines Glühfadens mit gleichem Querschnitt und guter Haltbarkeit war damit getan. Man hat nun in der Folgezeit alle erdenklichen Materialien zur Gewinnung von Glühkohlen zu verwenden gesucht, z. B. verschiedene Arten von Pflanzen- und Holzfasern, Stroh, Seide, Baumwolle, Zwirn, Vulkanfiber usw., selbst Pferdeschwanz- und Menschenhaare wurden nicht verschont. Alle diese Kohlen hatten aber infolge der allzu verschiedenen Struktur eine nur wenig genügende Homogenität. Sowohl ihr Querschnitt als auch ihr elektrischer Widerstand und ihre Lichtemissionsfähigkeit waren ungleichmäfsig. Da man bald bemerkte, dafs die dünneren Stellen in den Kohlen heller glühten als die dickeren, und dafs die Kohlen an den halberglühenden Stellen sehr rasch zerstört wurden, war man mit aller Energie und grossem Scharfsinn — den der Mensch stets erst dann entwickelt, wenn ein Bedürfnis ihn zwingt — bemüht, die angegebenen Fehler zu verbessern. Man ersann Verfahren, nach welchen man gute Fäden herstellte durch Pressen von teigartigen, kohlehaltigen Körpern und die rein chemischen, zum grössten Teile jetzt noch gebräuchlichen Herstellungsmethoden. Trotz aller Energie wurden die Fortschritte nur langsam gemacht, einestheils, weil man die heutigen Hilfsmittel noch nicht zur Verfügung hatte, und andernteils, weil die Fabrikation guter Glühkohlen an und für sich sehr grofse Schwierigkeiten bietet. Selbst heute noch ist die Herstellung tadelloser Kohlenfäden ein Kunststück; der Laie ahnt nicht, welche Vorsichtsmafsregeln und welche Handgriffe und Maschinen nützlich sind, um diesen so unscheinbaren, lichtspendenden Faden herzustellen.

Nachdem man nun gelernt hatte, einigermafsen brauchbare Glühkörper aus reiner Kohle herzustellen, suchte man sie zu verbessern, indem man ihnen Substanzen beimischte, die ein hervorragendes Lichtemissionsvermögen besitzen, oder sie mit denselben überzog. Zu diesem Zwecke verwendete man die verschiedensten Metallsalzlösungen, mit ganz besonderer Vorliebe die der seltenen Erden, wie Thorium, Zirkon, Cer usw.; hierzu ist noch die Verarbeitung von Metalloiden, wie Bor und Silicium, zu erwähnen. Diese Versuche kennzeichnen die zweite Richtung.

Die dritte Richtung besteht in der Verwendung bisher noch wenig bekannter, schwer schmelzbarer Metalle zu Glüh-

körpern, wie z. B. Thorium, Zirkon, Osmium, Wolfram, Molybdän, Uran usw. Diese Materialien, sofern sie für Leuchtzwecke ausgenutzt worden sind, werden in einem später folgenden Buche beschrieben werden.

Es soll nun nicht der Zweck dieses Buches sein, alle Versuche, seien sie patentiert oder nicht, anzuführen; einige wichtigere wurden herausgegriffen und beschrieben, um den Entwicklungsgang, der viele interessante und wertvolle Gesichtspunkte bietet, zu kennzeichnen.

II. Entwicklung der Glühfadenfabrikation.

A. Herstellung von Fäden aus reiner Kohle.

Eines der ersten Verfahren, Glühkörper aus Kohle herzustellen, ist von Thomas Alva Edison¹⁾ angegeben worden. Edison wickelte und rollte in geeigneter Weise Baumwollen- und Leinenfäden, Holzsplitter und Papier und verkohlte diese Materialien. Nach einem anderen von ihm angegebenen Verfahren wurde Lampenschwarz, Graphit und Kohle mit Teer gemischt; der erhaltene Teig wurde gut durchgeknetet, zwischen Kupferspiralen aufgerollt und dann geglüht. Nach dem Glühen wurde das Kupfer mit Salpetersäure weggelöst, die erhaltene Kohle mit Wasser gewaschen und getrocknet. Dieses Material konnte, wie leicht ersichtlich, keineswegs gut sein.

Einen großen Fortschritt bedeutete deshalb damals die Herstellung von Glühkörpern nach dem ersten Swanschen²⁾ Verfahren.

Swan verwendete Baumwollenfäden, die durch Einwirkung konzentrierter Schwefelsäure pergamentiert worden waren. Das Rohmaterial war reine Baumwolle, welche locker zum Faden versponnen war, und welche zur besseren Einwirkung der Schwefelsäure entfettet wurde. Das Entfetten wurde bewirkt durch Auslaugen der Fäden mit Sodalösung oder Ammoniakwasser und nachheriges Waschen der behandelten Fäden mit Wasser, um jede Spur von Alkalisalzen wieder zu entfernen. Die Arbeitsweise war kurz folgende:

Nach dem Aufwickeln der getrockneten Baumwollenfäden auf die Spule *A* (Fig. 1) gelangten dieselben zuerst auf eine Glasplatte *B* und dann durch die Führungen *C*, *E*, *F* nach

¹⁾ D.R.P. 12174 vom 27. November 1879.

²⁾ D.R.P. 13071 vom 29. Juni 1880.

dem Blei- oder Glasgefäß *H*, welches die zum Pergamentieren erforderliche konzentrierte Schwefelsäure enthält. Von dort gelangten sie nach dem mit Wasser gefüllten Kasten *J* und wurden dort auf der unter Wasser liegenden Trommel *K* aufgespult. Um ein gutes Entsäuern zu bewirken, waren in dem Kasten *J* zwei Stützen angebracht, durch die einerseits andauernd frisches Wasser zuströmte, während durch den anderen das saure Wasser entfernt wurde.

Dieses Verfahren ist in Wirklichkeit sehr einfach, vorausgesetzt, daß gewisse notwendige Vorsichtsmaßregeln getroffen werden. Der entstandene Amyloidfaden ist außerordentlich weich und muß deshalb unter Vermeidung von größerer Reibung weitergefördert werden. Um dies sicher zu

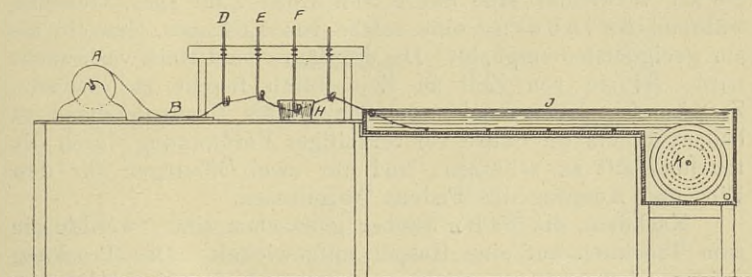


Fig. 1.

erreichen, muß man der Abwickelrolle *A* und der Aufwickel-
spule *K* genau dieselbe Umdrehungsgeschwindigkeit geben,
wobei jedes stoß- oder ruckweise Arbeiten zu vermeiden ist,
da sonst der weiche Faden reißt.

Sobald der Faden die Säure verläßt, wird er durchsichtig
und erhält ein glänzendes, gelatineartiges Aussehen. Man hat
darauf zu sehen, daß die Umwandlung in Amyloid bis in den
innersten Kern des Fadens erfolgt ist, und daß er ein homo-
genes glasiges Aussehen erhalten hat. Die Umwandlung der
Baumwolle in Amyloid hängt nun ab:

1. von der Konzentration der verwendeten Schwefelsäure;
2. von der Temperatur der Säure;
3. von der Art des Fadens, d. h. ob er dicht oder locker
versponnen ist;
4. von der Qualität der Wolle;

5. von der Durchgangsgeschwindigkeit der Fäden durch die Säure.

Ist z. B. die Einwirkung der Säure eine zu kräftige gewesen, was sofort an der zu großen Weichheit der Fäden erkannt werden kann, so war die Durchgangsgeschwindigkeit eine zu geringe; sie ist daher sofort entsprechend zu vergrößern. War die Einwirkung der Säure dagegen nicht durchgehend, so besteht der Faden noch im Kern aus undurchsichtiger, unveränderter Baumwolle; in diesen Falle ist die Geschwindigkeit zu verringern. Für die Regulierung der Geschwindigkeit lassen sich selbstverständlich keine Normen aufstellen; ihre Bestimmung ist lediglich Erfahrungssache.

Die Konzentration der Säure ist von großer Wichtigkeit. Swan verwendet eine Säure von 1,58—1,60 spez. Gewicht, während Swinburne eine solche von 1,64 spez. Gewicht als am geeignetsten empfiehlt. Da die Säure bald stark verbraucht wird, ist sie von Zeit zu Zeit durch frische zu ersetzen. Zweckmäßig ist es auch, das Säuregefäß *H* entsprechend zu bedecken, um die Säure vor vorzeitiger Verdünnung durch die feuchte Luft zu schützen, und nur zwei Öffnungen für den Ein- und Ausgang des Fadens freizulassen.

Nachdem die Fäden sauber gewaschen sind, werden sie zum Trocknen auf eine Haspel aufgewickelt. Das Trocknen erfolgt sehr rasch an trockener, warmer Luft; die Fäden erhalten hierbei ein darmähnliches, durscheinendes Aussehen von schwach gelblicher Farbe. Die Festigkeit ist eine bedeutende; ein Faden von 1 mm Durchmesser kann nur mit Mühe zerrissen werden.

Dieser Amyloidfaden hat nun eine rauhe und ungleiche Oberfläche und ist durchaus noch nicht geeignet, karbonisiert zu werden. Er hat deshalb noch einen besonderen Ziehprozeß durchzumachen. Die Ziehsteine, die am besten aus Rubin oder Diamant hergestellt sind, um eine allzuschnelle Abnutzung zu vermeiden, sind so angeordnet, daß ein genau wagerechtes Durchziehen der Fäden ermöglicht wird (Fig. 2). Andernfalls würde man keinen runden, sondern einen ovalen Fadenquerschnitt erhalten. Man bringt deshalb am besten vor der Eintrittsstelle des Fadens in den Ziehstein eine Führung an.

Dieses Verfahren war in England viele Jahre hindurch in Anwendung und lieferte Fäden und Kohlen, die für die früheren Ansprüche vollkommen genügend waren.

George Guillaume André¹⁾ in Darking (England) stellte sehr harte und widerstandsfähige Kohlen nach einem anderen Verfahren her. Er nahm Fasern und Flachs, Baumwolle, Ramie und ähnliche Materialien, tauchte diese Stoffe zunächst in reines Leinöl und entfernte dann so viel Öl als möglich, indem die Fasern zwischen den Fingern durchgezogen und schliesslich zwischen Fließpapier gepresst wurden. Der Faden wurde nun einer Temperatur von ca. 60° C ausgesetzt, bis das Öl völlig oxydiert war. Dieses Verfahren wurde mehrere Male wiederholt, bis der Faden die gewünschte Stärke erhalten hatte. Er wurde nun in geeigneter Weise karbonisiert. Zum Dichten und Härten der Kohle wurde sie vermittelst des elektrischen Stromes hellrot glühend gemacht und dann plötzlich in Quecksilber oder Mineralöl getaucht.

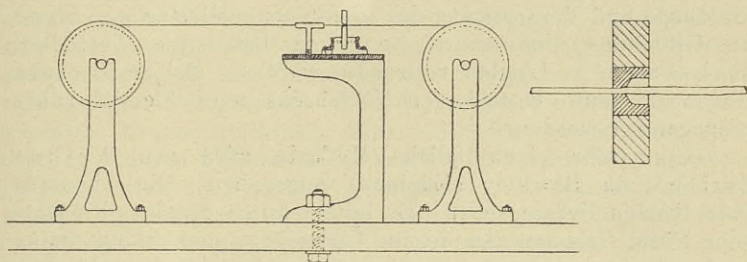


Fig. 2.

Die erste Verwendung von Kupferoxydammoniak zur Lösung von Baumwolle und Verarbeitung dieser Masse zu Glühfäden stammt von William Crookes²⁾ in London. Crookes löst eine bestimmte Menge von Baumwolle in Kupferoxydammoniak ganz oder nahezu ganz auf. Die erhaltene Flüssigkeit gießt er in eine Schale mit genau horizontal gestelltem flachen Boden und läßt das Ammoniak verdampfen. Es hinterbleibt eines dünnes Häutchen, dessen Dicke von der ursprünglichen Tiefe der Flüssigkeit und von dem Prozentgehalt der in derselben aufgelösten Zellulose abhängt. Dieses Häutchen wird nun nach dem Eintrocknen mit verdünnten Säuren behandelt, um das Kupfer zu extrahieren. Hiernach wird es gründlich mit Wasser gewaschen und schliesslich unter

1) D.R.P. 25 646 vom 19. Dezember 1882.

2) D.R.P. 20 822 vom 27. Oktober 1881.

Druck zwischen Fließpapier getrocknet. Die erhaltenen dünnen Tafeln werden nun mit einem scharfen Messer in die gewünschten Fäden geschnitten. Crookes hat auch erkannt, daß zur Erlangung einer guten Qualität nur sehr reine Baumwolle zur Verwendung kommen darf. Die unorganischen Bestandteile der Zellulose, wie z. B. Kieselsäure, Eisenoxyd, Kalk usw., werden bei dem Karbonisieren der Fäden nicht verdampft, sondern bleiben in der Kohle. Diese Verunreinigungen sind in mehrfacher Hinsicht sehr schädlich. Sie verursachen nicht nur ein Trüben und Bräunen der Lampenglocken, sondern zerstören auch sehr leicht die Kohle selbst. Um diese Verunreinigungen nun zu entfernen, weicht Crookes die Zellulose, wie Baumwolle, Hanf, Leinen usw. in Flußsäure ein, bis eine Probe dieser Stoffe, getrocknet und verascht, nur noch wenig Rückstand zeigt. Lösungen von reiner Baumwolle in Chlorzinklauge und Verarbeitung der erhaltenen gallertartigen Masse zu Glühfäden sind zuerst von dem bekannten Techniker Robertson in London verwendet worden. Bei Besprechung des noch heute bestehenden Verfahrens wird hierauf näher eingegangen werden.

Eine sehr eigentümliche Methode wird von Arthur Smith¹⁾ in Brockley (England) angegeben, die ebenfalls gute Kohlen liefern sollte. Er leitete durch flüssiges Furfurol oder Furol Salzsäuredämpfe im Überschufs und kühlte dabei stark. Es entstand eine schwarze Flüssigkeit, die er zwischen zwei Glasplatten mit bestimmten Zwischenräumen gießt und dort erstarren läßt. Nach acht bis zwölf Stunden war die Masse fest. Die Glasplatten wurden nun sorgfältig von der erhärteten Schicht abgelöst und die erhaltene Platte kurze Zeit in reines Wasser gelegt. Nachdem alle Feuchtigkeit mittelst Fließpapier entfernt worden war, schnitt man die Tafel mit einem scharfen Messer in Streifen von beliebiger Breite. Zur Regulierung des elektrischen Widerstandes setzte Smith dem Furfurol noch bestimmte Mengen von Lampenrufs hinzu.

Alessandro Cruto²⁾ in Piosasco (Italien) schlug auf dünnen Platindrähten nach Art des heutigen Präparierverfahrens dichten Kohlenstoff nieder und verdampfte dann das Metall durch Hindurchsenden eines Stromes von hoher Stromstärke. Diese

1) D.R.P. 23 732 vom 27. September 1882.

2) D.R.P. 23 344 vom 26. April 1882.

Verfahren soll noch bis in die jüngste Zeit in Anwendung gewesen sein.

Der erste, der die Eigenschaft von Nitrozellulose oder Kollodiumwolle, klare Lösungen im Gemisch von Alkohol und Äther zu bilden, zur Herstellung von Glühkörpern verwendete, war Edward Weston¹⁾ im Jahre 1883. Das Verfahren soll, da es ein gewisses historisches Interesse bietet, kurz angedeutet werden. Kollodiumwolle wurde ohne jede weitere Untersuchung ihrer Beschaffenheit in gleichen Teilen Äther und Alkohol gelöst, so daß man eine gelatinöse Masse erhielt. Zu dieser Masse setzte man noch eine bestimmte Menge von Phosphorsäure, Glyzerin oder Rizinusöl; auch Tannin wurde als Zusatz verwendet. Die Masse wurde nun zu dünnen Platten ausgegossen, und zwar in flachen, quadratischen Gefäßen aus Glas oder Porzellan, die mittelst Stellschrauben und Wasserwaage genau horizontal eingestellt werden konnten. Die Bläschen und Schmutzteile wurden mit einem messerartigen Hölzchen entfernt, solange das Kollodium noch flüssig war. Nach dem vollständigen Erstarren des Kollodiums wurden nun mit einer scharfen Messervorrichtung dünne Streifen geschnitten; die Streifen wurden zu Bündeln gebunden, in einem Rahmen ausgespannt und an der Luft getrocknet. In diesem Zustand wurden sie mit Schwefelammon denitriert, gewaschen und zum endgültigen Trocknen wieder straff ausgespannt. Die aus diesem Material hergestellten Kohlen sollen sehr gut gewesen sein. In vielen bedeutenderen Fabriken, so z. B. in der Allgemeinen Elektrizitätsgesellschaft in Berlin, sind lange Zeit in dieser Weise Kohlen hergestellt worden.

Zu ungefähr derselben Zeit hat sich der Mitinhaber der Firma Greiner & Friedrichs, Ferdinand Friedrichs²⁾ in Stützerbach (Thüringen), ein Verfahren patentieren lassen, nach welchem er Kohlen auf folgende Art herstellte: Steinkohlenteer wurde durch längeres Kochen entwässert; von diesem wurden nun 100 ccm in einer Abdampfschale aus Porzellan erhitzt und dann 6 g rauchende Schwefelsäure unter stetigem Umrühren hinzugesetzt. Diese Mischung wurde nun so lange mit einem Glasstab gut vermengt, bis ein zäher Teig entstand. Hierauf wurde mit Ammoniak neutralisiert und der Überschuss des Ammoniaks abgedampft. Die entstandene

¹⁾ D.R.P. 22866 vom 18. Juni 1883.

²⁾ D.R.P. 19858 vom 22. Februar 1882.

asphaltähnliche Masse wurde nun mit 2 g geglühtem und fein gesiebttem Kienruß versetzt, hierauf auf 40° C erwärmt und auf einem glatten Holzbrett ausgerollt. Da der gewonnene zähe und plastische Teig nicht im geringsten mehr klebrig war, so war man in der Lage, die Fäden bis zur Dicke eines Menschenhaares auszuwalzen.

Wie oben gezeigt worden ist, hatten die nach dem meisten Verfahren hergestellten Fäden quadratischen oder dreieckigen Querschnitt. Nach langem Bemühen hatte man nun auch Fäden aus Kollodium herzustellen gelernt, die mathematisch genau kreisrund waren. Das sogenannte Spritzen oder Pressen der Fäden aus Eisessigkollodium nach dem Patent von Joseph Wilson Swan¹⁾ in Bromley (England) hat zuerst viel Schwierigkeiten verursacht, bis es endlich gelang, ein Produkt zu erhalten, das immer allen an ihn gestellten Anforderungen entsprach. Da dasselbe den Ausgangspunkt unserer heutigen Eisessigkollodium-Verfahren bildet und sich seiner Einfachheit halber bald einen Weltruf erwarb, so soll es etwas ausführlicher besprochen werden (Seite 10—12).

Um Glühlampen auf den höchsten Grad von Leistungsfähigkeit zu bringen, muß man den in ihnen zur Verwendung kommenden Kohlenfäden eine homogene und feste Struktur, sowie einen überall gleichen Querschnitt geben. Es ist bisher mit großen Schwierigkeiten verbunden gewesen, Kohlen mit solchen Eigenschaften zu erzeugen. Durch vorliegende Erfindungen aber sollen diese Schwierigkeiten beseitigt werden.

Man nimmt ein karbonisierbares Material von der später zu beschreibenden Art in plastischem oder zähflüssigem Zustande und preßt es durch Löcher oder Matrizen, wodurch sich dünne Fäden von beliebiger Länge, beliebigem, überall gleichem Querschnitt und durchweg homogener Beschaffenheit bilden. Das Material ist eine Lösung von Nitrozellulose in Essigsäure oder anderen Lösungsmitteln. Mit der Nitrozellulose läßt sich auch anderes karbonisierbares Material verbinden, oder man kann auch durch Hitze plastisch gemachte Nitroglykose verwenden.

Man läßt die Fäden beim Austritt aus der Preßform in 70 bis 80 %igen Alkohol oder eine andere Flüssigkeit eintreten, welche die Masse zu koagulieren, d. h. ihr eine größere Kohärenz zu verleihen vermag.

¹⁾ D.R.P. 30291 vom 4. Mai 1884.

Auf der untenstehenden Zeichnung ist in Fig. 3 a in Vorderansicht und in Fig. 3 b im Vertikalschnitt ein Apparat dargestellt, mittelst dessen die vorliegende Erfindung zur Ausführung gebracht werden kann. Derselbe ist jedoch nur als Beispiel mitgeteilt zu dem Zweck, das volle Verständnis dieser Erfindung zu ermöglichen. Der Erfinder beschränkt sich keineswegs nur auf die Anwendung dieser einen speziellen Form des Apparates

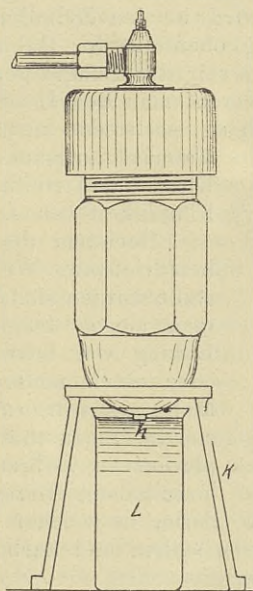


Fig. 3 a.

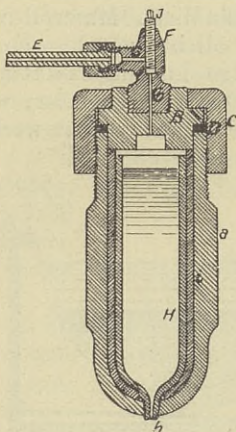


Fig. 3 b.

Fig. 3 a stellt einen starken, den Hauptkörper des Apparates bildenden hohlen Metallzylinder dar. Derselbe wird mittelst eines Deckelstückes *B* geschlossen, welches man durch Aufschrauben der Kappe *C* fest auf die Dichtung *D* aufpresst. *E* ist ein von dem Luftreservoir einer Luftkompressionsmaschine herkommendes und mit dem Düsenstück *F* verbundenes Rohr, welches durch die Bohrung *G* mit dem Innern des Zylinders *a* in Verbindung gesetzt werden kann. Letzterer ist mit einem durch ein Zwischenfutter *i* aus Pariser Zement in seiner Lage erhaltenen Glaszylinder *H* ausgefüllt; dieser Glaszylinder

endigt unten in einem mit feiner Öffnung versehenen und durch den Boden von *a* vortretenden Nabel *h*. *J* ist ein Hahn oder Schraubenventil, mittelst dessen die Düsenbohrung *G* abgesperrt werden kann, während die Luft in der in *E* angeschlossenen Pumpe komprimiert wird. Der ganze Apparat kann auf einen Ständer *K* gesetzt werden, so daß sich die Öffnung in *h* über einem Gefäß *L* befindet, in welches das Material eintaucht, so wie es aus *h* austritt.

Das karbonisierbare, in plastischem oder zähflüssigem Zustand befindliche Material wird in den Zylinder *a* gefüllt und dieser dicht verschlossen, ebenfalls der Hahn *J*. Jetzt wird so lange Luft in das Reservoir der Pumpe gepresst, bis genügend Druck erzeugt ist, worauf man den Hahn *J* wieder öffnet. Der Druck strömt nach *a*, preßt das karbonisierbare Material langsam durch die Düse *h* und treibt es in die Flüssigkeit von *L*.

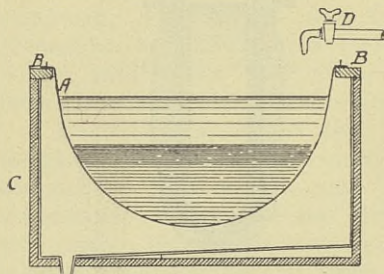


Fig. 4.

Nachdem die Fäden in beschriebener Weise hergestellt worden sind, behandelt man sie so lange in einer Lösung von Schwefelammon oder einem anderen äquivalenten Denitriermittel, bis sie die Eigenschaft, mit Explosion zu verbrennen, verloren haben. Hierauf trocknet

man dieselben, bringt sie in die Form, in welcher sie in den Lampen zur Verwendung kommen sollen, und karbonisiert sie in irgendeiner passenden Weise.

Ein anderes Verfahren wurde von der Firma Siemens & Halske, Berlin ausgearbeitet und lieferte ein ausgezeichnetes Kohlenmaterial. Es wurde bei der oben genannten Firma bis zum Jahre 1900 ausschließlich angewendet.

20 kg entfettete Watte bester Qualität wurden in ca. 100 kg chemisch reiner Schwefelsäure von 66 % Gehalt aufgeweicht. Es bildet sich ein stärkeartiger Kleister, die Amyloid-Hydrozellulose (siehe auch erstes Swan-Verfahren; ebenso beruht auf der oberflächlichen Bildung von Amyloid die Herstellung des Pergamentpapiertes). Die Auflösung erfolgt innerhalb 24 Stunden. Dieser Kleister wurde nun in ein sauberes, dichtes Leinentuch *A* (Fig. 4) gebracht, welches an einem

Holzrahmen *B* in einem mit Bleiblech ausgeschlagenen Holzkasten *C* hing. Auf den Kleister liefs man fortwährend Wasser fliefsen, um die Säure zu entfernen. Hierbei scheiden sich weifse Flocken von Amyloid ab $[2(C_2H_{10}O_5) + 2H_2O]$. Das Entsäuren dauerte zwei bis drei Wochen, da das Amyloid das Wasser nur sehr langsam durchsickern läfst. Das saure Wasser wurde durch ein Ablaufrohr entfernt. Wenn eine Probe des abfliefsenden Wassers sich mit blauer Lackmuslösung nicht mehr rot färbte, war der Waschprozeß beendet. Es wurde nun eine Feuchtigkeitsbestimmung der zurückbleibenden Masse ausgeführt, um die darin enthaltene Trockensubstanz festzustellen, da sich hiernach der Zusatz des sogenannten Klebestoffes richtete.

Den Klebestoff, der merkwürdigerweise auch Nigrosin genannt wurde, stellte man folgendermaßen her: 1 kg bester Fischleim oder Hausenblase wurde mit 3 kg destilliertem Wasser gekocht und hierauf durch das Eiweifs von vier Eiern geklärt. Hierzu gab man 6–8 kg Roggenmehl und erwärmte unter ständigem Rühren auf dem Wasserbad, bis die ganze Masse stark aufgequollen war.

Man vermischte nun etwa 2 kg Amyloidkleister mit 6 kg Klebstoff und kalanderte dieses Gemenge so lange, bis es die erfahrungsgemäfs nötige Konsistenz erhielt und prefsfähig war. Für stärkere Fäden bereitete man die Masse etwas dicker und fester, für dünnere Fäden etwas weicher. Die Masse wurde nun mit der Hand zu einem Ballen geformt, in einen geeigneten Prefszylinder gebracht, dort so lange leicht angewärmt, bis sie vollständig entlüftet war und hierauf durch gemessene Silberdüsen geprefst. Der entstehende Faden wurde sofort nach dem Pressen auf Blechrahmen (Fig. 5) aufgewickelt, an warmer Luft ca. 1 Stunde lang getrocknet, abgeschnitten und gebogen. Man konnte auf diese Weise aus 1 kg Prefsmasse ungefähr folgende Fadenmengen herstellen:

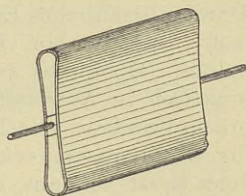


Fig. 5.

ca. 30 000	Fäden für	10 HK	110 V,
ca. 22 000	"	16 HK	110 V,
ca. 12 000	"	25 HK	110 V,
ca. 55 000	"	10 HK	220 V,
ca. 32 000	"	16 HK	220 V,
ca. 16 000	"	25 HK	220 V.

Die nach dem Karbonisieren erhaltenen Kohlen hatten einen absolut gleichen Durchmesser, ließen sich tadellos präparieren und besaßen ein gutes Lichtemissionsvermögen. Ein Übelstand dieses Verfahrens bestand darin, daß die Kohlen ziemlich empfindlich gegen Bruch waren. Es ist auch nicht gelungen, die Kohlen widerstandsfähiger zu machen, weder durch ein Dichtermachen der Pressmasse, noch durch ein vorsichtigeres Karbonisieren.

Von den bisher beschriebenen Verfahren gänzlich verschieden sind die folgenden Verfahren zur Herstellung von Glühkörpern aus Kohle: Alexander Bernstein¹⁾ in London ordnet in einem mit Kohlenstoffverbindungen gefüllten Gefäße zwei Elektroden einander gegenüber derart an, daß sich bei geschlossenem Strome ein Lichtbogen zwischen beiden bildet und die Enden der Elektroden zum Glühen bringt. An den glühenden Enden wird nach Art des Präparierens ein Niederschlag von bis in den Kern fester und harter Kohle gebildet. Durch allmähliches Entfernen der Elektroden voneinander soll man imstande sein, Kohlenfäden von beliebiger Länge zu erhalten. Ob dieses an und für sich gut ausgedachte Verfahren praktisch in Anwendung war, konnte nicht in Erfahrung gebracht werden. Nach diesem Verfahren aber müßte man die für Glühlampenzwecke am besten geeignete Kohle erhalten; denn es ist bekannt, daß die Kohle, welche durch Präparieren auf den Faden niedergeschlagen worden ist, außerordentlich fest und widerstandsfähig ist. Die Arbeitsweise ist nach der Patentschrift kurz folgende:

Fig. 6 zeigt Konstruktion des Apparates bei Anwendung von Gleichstrom, Fig. 7 denselben Apparat bei Benutzung von Wechselstrom. In beiden Figuren ist *A* ein Rahmen, an welchem das Führungsstück *B* befestigt ist. In demselben bewegt sich die Zahnstange *C*, welche an ihrem unteren Ende den Draht *D* trägt. Dieser Draht bildet die eine Elektrode. Das Metallstück *G* ist isoliert an dem Rahmen *A* befestigt und dient als die andere Elektrode. *I* und *K* sind Klemmen, an denen Verbindungsdrähte befestigt werden, welche den Strom zuführen. Die Zahnstange *C* greift in ein Zahnrad *E*, welches durch die Kurbel *F* gedreht werden kann. *V* ist ein Gefäß, in welchem sich ein flüssiger Kohlenwasserstoff oder eine andere Kohlenstoffverbindung, wie z. B. Schwefelkohlenstoff, befindet.

¹⁾ D.R.P. 36399 vom 9. Januar 1886.

In Fig. 7 ist eine zweite Zahnstange, welche ebenfalls vom Zahnrad *E* bewegt wird, jedoch in der umgekehrten Richtung als die Zahnstange *C*. Das Stück *G* ist hier an der Zahnstange befestigt, jedoch von ihr isoliert; es trägt den Draht *H*.

Das Verfahren ist nun folgendes: Die Zahnstange *C* wird zuerst so weit heruntergelassen, bis der Stromschluß hergestellt ist und alsdann langsam gehoben. Es bildet sich beim Entfernen ein Lichtbogen, und der Kohlefaden entsteht, wie bereits oben beschrieben worden ist, und zwar entweder am Ende von

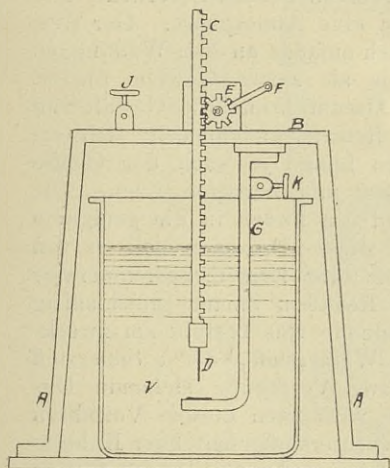


Fig. 6.

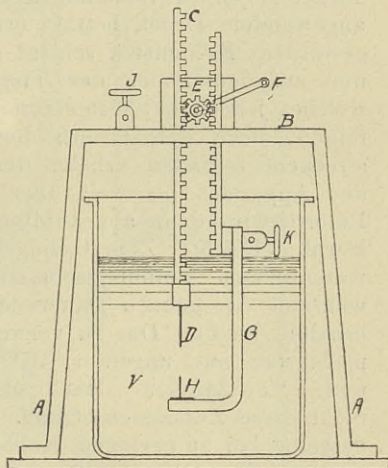


Fig. 7.

D in Fig. 6 bei Anwendung von Gleichstrom oder am Ende von *D* und *H* in Fig. 7 bei Anwendung von Wechselstrom. Die Stücke *D* und *H* können aus beliebigem leitenden Material hergestellt werden.

Da die Bewegung des Zahnrades mit der Hand kaum gleichmäßig genug ausgeführt werden kann, so ist es am besten, wenn man sich einer mechanischen Vorrichtung, z. B. eines Uhrwerkes, zu diesem Zwecke bedient; oder man kann eine elektrische Vorrichtung benutzen, welche wie der Regulierungsmechanismus bei Bogenlampen konstruiert ist.

Wenn man die Kohlenstoffverbindungen nicht in flüssigem, sondern in gasförmigem Zustand benutzen will, so muß das

Gefäß *V* geschlossen sein, und es bewegen sich die Stangen *C* und *D* durch Stopfbüchsen. Der erhaltene Faden kann durch weiteres Präparieren jede beliebige Dicke erhalten.

Weiter ist hier zu erwähnen das Verfahren von Theophilus Vaughan Hughes und Charles Roland Chambers¹⁾, nach welchem außerordentlich dichte und elastische Kohlen für elektrische Glühlampen erhalten werden, wenn gasförmige Kohlenwasserstoffe oder kohlenwasserstoffhaltige Gemische, die in der Hitze unter Ausscheidung von Kohlenstoff zersetzt werden, in feinen Strahlen in einen glühenden Tiegel gegen die Wandungen desselben geblasen werden. Der angewendete Druck beträgt etwa eine Atmosphäre. Der freigewordene Kohlenstoff schlägt sich anfangs an den Wandungen und auf dem Boden des Tiegels als zartes Gewebe nieder, welches jedoch bei fortgesetzter Gaszuführung die Gestalt von feinen, nach dem Innern der Retorte gleichmäßig sich erstreckenden Fäden erhält, deren Länge je nach der Größe des Apparates bis weit über 100 mm betragen kann. Die Retorte wird dann abgekühlt und die Fäden in die geeignete Form gebracht. Zum Gelingen dieses Prozesses soll es von wesentlichem Einfluß sein, daß die Zersetzungstemperatur während der ganzen Dauer der Reaktion immer gleichmäßig erhalten bleibt. Das zu verwendende Gas besteht am zweckmäßigsten aus ungefähr 40 % Wasserstoff, 45 % Sauerstoff und 7 % Äthylen. Hat das zur Verfügung stehende Gas nicht diese Zusammensetzung, so wird nach diesem Verfahren dasselbe bei zu geringem Kohlenwasserstoffgehalt über Kohlenwasserstoffe geleitet, während man es bei zu hohem Gehalt mit glühenden Steinen oder glühenden Holzkohlen in Berührung bringt, um einen Teil der Kohlenwasserstoffe auf diese Weise vorher abzuscheiden. Da das Gas von jeder Verunreinigung, die die Fadenbildung stören oder verhindern könnte, frei sein muß, so wird es vor Einführung in die erhitzte Retorte durch eine Kühlschlange und ein Gefäß mit ungelöschem Kalk geleitet.

Die Ausführungsweise dieses Prozesses (Fig. 8) ist etwa folgende: In einem zur Erzeugung der nötigen Hitze passend konstruierten Ofen *A* ist ein Tiegel *a* aus Graphit oder Eisen angeordnet, dessen obere Öffnung durch eine Tonscheibe *f* bedeckt ist und durch einen schweren Deckel verschlossen wird.

¹⁾ D.R.P. 39865 vom 18. August 1886.

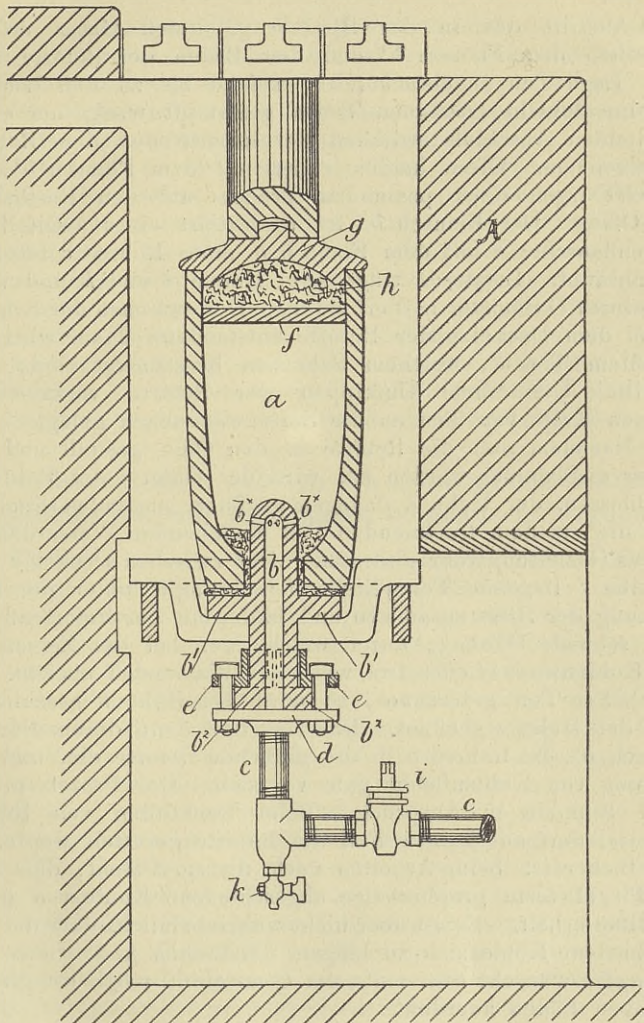


Fig. 8.

In den Öffnungen des Bodens wird ein mit Flanschen b^1 und b^2 versehenes Rohr b aus Ton eingeführt. Die dem Retorteninnern zugewendete Seite des letzteren ist geschlossen und mit einer Anzahl radialer Löcher b^x versehen, durch welche

der Austritt des in das Rohr b geleiteten Gases erfolgt. Zwischen dem Flansch b^1 und dem Boden der Retorte wird eine Lage Ton angebracht, auf welche bis zu den Löchern b^x eine Schicht trockenen Tones gestampft wird, um einen luftdichten Abschluß zwischen der Retorte und dem Rohr c zu erreichen. Diese beiden ruhen mit dem Flansch b^1 vermittelst irgendeines passenden Trägers auf den Rostbalken des Ofens. Der Flansch b^2 ist vermittelst eines zweiteiligen Gegenflansches e mit dem Flansch d eines Rohres c luftdicht verschraubt. Letzteres trägt zwei Hähne i und k und steht mit einem Gasometer in Verbindung. Der zwischen der Scheibe f und dem Deckel g der Retorte entstandene Raum wird mit feuchtem Ton h , welchem Scherben beigemischt sind, ausgefüllt. Um einem Umkippen der Retorte vorzubeugen, werden Keile von Ton an die Seitenwandungen gelegt.

Nachdem nun die Retorte in den Ofen gestellt und das Feuer angezündet worden ist, wird der Hahn i des Rohres c geschlossen, der Hahn k dagegen geöffnet, um zu verhindern, daß die aus dem trocknenden Ton abziehenden Wasserdämpfe in das Gasleitungsrohr eintreten. Der zwischen Deckel g und Scheibe f liegende Tonzylinder h schrumpft unter der Einwirkung der Hitze zusammen und bildet mit der Retortenfläche eine schmale Öffnung, durch welche der bei der Zersetzung des Kohlenwasserstoffes frei werdende Wasserstoff abzieht. Ist sämtlicher Ton getrocknet, so wird der Hahn k geschlossen und der Hahn i geöffnet. Das Gas tritt dann durch die Öffnungen b^x des Rohres b in die glühende Retorte ein, und die Bildung von Kohlenfäden geht vor sich. Der Prozeß nimmt 5–7 Stunden in Anspruch. Beim Nachfüllen von Brennmaterial darf auf keinen Fall die Retorte gerüttelt werden.

Sicher ist beim Arbeiten nach diesem Patent, daß man im Tiegel feste graphitartige abgeschiedene Kohle von guter Qualität erhält. Es ist aber nicht wahrscheinlich, daß die abgeschiedene Kohle sich zu langen, elastischen und, wie es unbedingt erwünscht sein muß, im Querschnitt möglichst gleichmäßigen Fäden anordnet.

Auf kaltem chemischem Wege gelangt die Société A. Chertemps & Cie.¹⁾ in Paris zu Kohlenfäden für Glühlampen. Sie benutzt die Eigenschaft von Fluorbor (B_0Fl_3), aus organischen Substanzen von der Formel $C_mH_{2n}O_n$ schnell das

1) D.R.P. 34203 vom 17. Februar 1885.

Wasser zu entziehen (ähnlich der konzentrierten Schwefelsäure) und reine Kohle zu hinterlassen, ohne die Struktur und damit auch die Festigkeit des Fadens zu zerstören.

Die Eigenschaft reiner Zellulose, mit Schwefelsäuren verschiedener Konzentrationen gelatinöse Massen zu bilden, hat Rudolf Langhans¹⁾ zur Herstellung von Kohlen verwertet. Entfettete Baumwolle wird zuerst mit einer 40- bis 50%igen Schwefelsäure durchfeuchtet und darauf mit stärkerer Säure durchgeknetet, bis ein homogener glasiger Kleister von besonders ausgezeichneter Klebkraft sich gebildet hat. Diese Masse wird nun durch Düsen in Wasser geprefst, wobei sich die gebildete Sulfozellulose in Hydrozellulose umwandelt. Nach diesem Verfahren soll man durchaus gute elastische Fäden und Kohlen von bedeutender Festigkeit erhalten; eine Anwendung im grofsen ist dem Verfasser jedoch nicht bekannt.

B. Verfahren, nach welchen den Kohlen noch besondere lichtemittierende Substanzen beigemischt werden.

Es lag sehr nahe, den Fäden und Kohlen gewisse Körper zuzusetzen oder sie mit denselben zu überziehen, um eine höhere Lichtemission zu erreichen, als die gewöhnlichen Kohlenfäden ergaben. Schon zu Anfang der Fädenfabrikation hat man dies versucht; als aber die epochemachenden Erfindungen Auer v. Welsbachs praktisch verwertet wurden und so wunderbare Resultate zur Folge hatten, stürzte man sich mit grofsem Eifer auf die Verwendung der Oxyde und Metalle der seltenen Erden, um sie auch als Zusatz zu den Kohlen nutzbar zu machen. Leider aber kann man wohl behaupten, dafs alle diese Versuche von nur sehr bescheidenen Erfolgen begleitet worden sind. Die Kohlen gaben wohl anfangs ein sehr ökonomisches Licht, liefsen aber sehr schnell in ihrer Güte nach und blieben bald weit hinter einer guten Kohlenlampe zurück. Auch hier soll nur eine geringe Zahl von Verfahren besprochen werden, damit der Entwicklungsgang, der ja viele wertvolle Momente bietet, einigermafsen verfolgt werden kann.

Die ersten derartigen Versuche rühren von Geminiano Zanni²⁾ in London her. Fäden aus Seide, Baumwolle usw. werden in die gewünschte Form gebogen und karbonisiert. Die erhaltenen Kohlekörper werden auf galvanischem Wege

1) D.R.P. 72572 vom 17. Juni 1891.

2) D.R.P. 24370 vom 31. Dezember 1882.

oder durch Behandlung mit zweckentsprechenden Lösungen mit Platin, Iridium und ähnlichen Metallen überzogen. Auf diese Metallschicht wird nun mit Hilfe eines geeigneten Kohlenwasserstoffes eine dünne Kohlschicht abgelagert, um die Metallschicht zu schützen. Denselben Zweck erreicht Zanni auch, wenn er einen dünnen Metalldraht aus den oben genannten Metallen mit einem toskanischen Strohhalme überzieht und das Ganze karbonisiert.

Theodor Mace¹⁾ in Montclair (Nordamerika) zieht Pflanzenfasern, wie z. B. Bambus, mittels eines Zieheisens auf den gewünschten Querschnitt. Hierauf behandelt er diese Fäden mit reiner Salzsäure vom spez. Gewicht 1,14, um den größten Teil der aschegebenden Substanzen zu entfernen. Nach dem Waschen mit Wasser werden die Fäden getrocknet und hierauf kurze Zeit der Einwirkung von konzentrierter Schwefelsäure von 1,7 bis 1,8 spez. Gewicht unterworfen. Nach erfolgtem abermaligem Waschen mit reinem Wasser bis zur Neutralität werden die feuchten Fäden in eine Lösung von Chloraluminium oder schwefelsaurer Tonerde gebracht, getrocknet und geglüht.

Eine besondere Art des Präparierens von Kohlen hat sich James Clegg²⁾ in London patentieren lassen. Er überzieht Glühkohlen mit nicht flüchtigen Metallen oder Metallverbindungen derart, daß diese Körper in flüchtigen Verbindungen gelöst oder in ihnen suspendiert werden und der zu überziehende Leuchtfaden über dieser Flüssigkeit im Vakuum durch den elektrischen Strom erhitzt wird, damit durch die Verdampfung des Lösungs- oder Suspensionsmittels eine Fortführung der darin enthaltenen Körper und eine gleichmäßige Ablagerung derselben auf dem Leuchtfaden bewirkt wird. Metalle wie Magnesium, Calcium, Chrom, Mangan und viele seltene Metalle, wie Zirkonium, Thorium und Lanthan, sollen hierfür besonders geeignet sein. Einige Metalle, welche an und für sich allein nicht verwendbar sind, können in Verbindung mit anderen, wie z. B. Aluminium, verwendet werden. Die so erhaltenen Glühkörper sollen nicht nur sehr dauerhaft sein, sondern vor allen Dingen viel leichter mehr Licht ausstrahlen als gewöhnliche Kohlenfäden. Der Erfinder hat folgende an sich wohl glaubhafte Resultate erhalten, sicher aber nur für eine sehr kurze Zeit. Ein Kohlefaden, der vor

¹⁾ D.R.P. 49 206 vom 25. Dezember 1889.

²⁾ D.R.P. 64 678 vom 4. November 1890.

der oben geschilderten Behandlung 4,25 Watt pro Kerze erforderte, verbrauchte später nach der Behandlung mit Magnesiumjodid nur noch 1,8 Watt pro Kerze. Ein anderer Kohlefaden mit 3,4 Watt pro Kerze beanspruchte nach dem Präparieren mit Magnesiumjodid nur noch 1,8 Watt pro Kerze. Auch der Widerstand soll selbst innerhalb weiter Temperaturgrenzen nur eine geringe Änderung erfahren. Es wurde beispielsweise bei einer Spannung von 40 bis 67 Volt mit Glühkörpern gearbeitet, die wie beschrieben behandelt worden waren, und die eine Lichtstärke von 20 bis 240 Kerzen besaßen. Hierbei wurde gefunden, daß der Widerstand sich nur von 29,6 bis 30,8 Ohm veränderte.

Auch Rudolf Langhans¹⁾ in Berlin vermischt eine gallertartige Masse aus Sulfozellulose mit äußerst fein pulverisierten Metallen, die einen sehr hohen Schmelzpunkt haben. Langhans glaubt auch, auf diese Weise eine bessere Lichtausbeute zu erreichen.

Auf einem anderen Wege will die Aktiengesellschaft für elektrische Glühlampen²⁾ in Budapest zum Ziele gelangen, indem sie Kohlefäden, die aus drei Schichten bestehen, herstellt. Nach ihrem Verfahren bildet der eigentliche Kohlefaden die innere Schicht. Fäden, bestehend aus Seide, Baumwolle usw., werden mit einem sogenannten Mineralgummi getränkt oder überzogen und dann in geeigneter Weise gewalzt. Der Mineralgummi besteht aus einer Mischung, die ungefähr folgende Zusammensetzung hat: 10 bis 15 % Senegalgummi, 25 bis 30 % Wasserglas und 10 bis 15 % Ätznatron. Die innere Kohlschicht wird nun bei der Karbonisierung durch das schmelzende Silikat oder den Salzüberzug, der nicht leitet, ringsum bedeckt und schützt ihn dadurch vor dem Verbrennen und gibt ihm gleichzeitig eine äußerst glatte Oberfläche, die ausgezeichnet geeignet ist, die dritte Schicht von Kohlenstoff, der in bestimmter Weise in einem Paraffinbad aufgeschlagen wird, anzunehmen.

Eine Patentanmeldung von Maximilian Baum in Breslau aus dem Jahre 1894 beschäftigt sich mit der Herstellung von Glühfäden aus Pflanzenstoffen, um denselben eine besonders intensive Leuchtfähigkeit und einen hohen Widerstand zu verleihen. Baum imprägniert diese Fäden mit Lösungen von Chorkalcium oder Chlormagnesium und hierauf

¹⁾ D.R.P. 72572 vom 17. Juni 1891.

²⁾ D.R.P. 73611 vom 12. Mai 1892.

mit zweibasisch-phosphorsaurem Ammon. Es bildet sich infolge der chemischen Umsetzung nicht flüchtiger phosphorsaurer Kalk und Magnesia. Durch die Verflüchtigung des mitgebildeten Chlorammoniums wird der Kalk und Magnesia-niederschlag sehr porös; dieser poröse Zustand soll so gerade die erwünschte Lichtwirkung hervorrufen.

Peter Stiens¹⁾ in London verbessert seine Kohlen durch mehrfache Behandlung mit präparierter Borsäure. Stiens stellt Streifen oder Fäden aus Vulkanfiber her und kocht dieselben in einem Gefäß, welches Wasser und fein pulverisierte, gebrannte Borsäure im Überschufs enthält. Das Kochen wird einige Stunden fortgesetzt, wobei die Fäden durch die an ihnen haftende Borsäure weiß erscheinen. Die Fäden werden getrocknet, gebogen und karbonisiert. Nach dem Verkohlen wird die Kohlenfaser zuerst in Benzin getaucht und dann sorgfältig mit der fein gepulverten und gebrannten Borsäure eingepudert. Die Kohle wird alsdann in einen Rezipienten aus Glas gebracht, der evakuiert wird. Wenn ein genügendes Vakuum erzielt worden ist, wird eine Verbindung mit einem Benzol enthaltenden Gefäß hergestellt. Die entstandenen Benzoldämpfe werden nochmals bis auf einige Millimeter Druck ausgepumpt; dann läßt man den elektrischen Strom durch die Kohle gehen, wobei man die Spannung allmählich bis weit über jenen Betrag steigert, der bei Benutzung des Kohlefadens später in Anwendung kommen soll. Nach dem Abkühlen zeigt die Kohle metallischen Glanz und soll nun hervorragende Eigenschaften besitzen.

Sollen Kohlenfäden aus flüssigem oder halbflüssigem Material, wie z. B. gelöster Zellulose, hergestellt werden, so mischt man die gebrannte und fein gepulverte Borsäure mit diesem Stoff und führt so viel Pulver ein, daß gerade noch nicht die mechanische Bearbeitung der Masse gestört wird. Die Verkohlung wird wie üblich bewirkt, und dann wird die Behandlung mit Borsäure und Kohlenwasserstoffdämpfen vorgenommen.

John Haddon Douglas-Willan und Frank Eustace Welkins Bowen²⁾ in London behaupten dagegen, daß Kohlen, nach vorigem Verfahren hergestellt, wohl anfänglich ein hohes Lichtemissionsvermögen besitzen, daß letzteres aber ziemlich rasch abnimmt. Sie glauben diesen Übelstand dadurch beseitigt zu haben, daß sie auf die Kohlenfäden

¹⁾ D.R.P. 85592 vom 11. April 1895.

²⁾ D.R.P. 98210 vom 11. April 1895.

Borsäureanhydrid zugleich mit Kohlenstoff niederschlagen. Sie schlagen vor, den Kohlenfaden bei Gegenwart gewisser organischer Verbindungen, welche Bor- und Kohlenstoff enthalten, bis zur Weißglut zu erhitzen.

Als solche diesem Zweck entsprechende Verbindungen eignen sich nach ihren Angaben ganz besonders die Borate der Alkohole, wie $B(OCH_3)_3$ und $B(OC_2H_5)_3$. Zur Erniedrigung der Verdampfungstemperaturen dieser Stoffe fügen sie 1 bis 2 % Äthyljodid hinzu. Die hierbei eintretende Zersetzung des Äthyljodids soll unwesentlich sein, da sich das Jod einfach auf den Wänden des Präpariergefäßes absetzt.

Eine Verbesserung der Lichtemissionsfähigkeit der Kohlen bewirkt Lodiguine¹⁾ dadurch, daß er vegetabilische Fasern, z. B. Fäden aus Hanf, Flachs, Ramie, oder auch gezogene Bambusfäden, mit Borfluorid imprägniert und diese dann einer Temperatur von ca. $500^\circ C$ aussetzt. Hierdurch sollen sowohl die schädlichen mineralischen Bestandteile, wie Kieselsäure usw., als Fluoride entfernt werden und das wahrscheinlich sich bildende Bor oder Borkarbid die Lichtausbeute bedeutend vergrößern.

Ebenso wie man Metalle und Metalloxyde als Zusatz zu den Kohlen verwendet hat, sind auch ganz besonders Bor und Silicium als lichtpendende Materialien benutzt worden, die außerdem die wertvolle Eigenschaft besitzen, den spezifischen Widerstand in hohem Grade zu erhöhen. Schon Edison vermischte Bor mit einem Bindemittel; aus der Mischung wurden dünne Blättchen gestanzt; auch Maxim und Langhans haben ähnliches versucht. Alle diese Versuche litten nach den Angaben von André Blondel²⁾ in Paris an dem Übelstand, daß die hergestellten Fäden entweder nur wenig widerstandsfähig und unelastisch waren oder den spezifischen Widerstand nur in geringem Maße erhöhten. Blondel stellte Fäden aus reinem Bor und Silicium in Drahtform her. Er erreicht dies folgendermaßen: Reines Bor, vorzugsweise das amorphe Bor von Moissan, wird unter starkem Druck durch eine Drahtpresse mit hartem Ziehloch (aus Stahl, Rubin oder Diamant) geprefst, nachdem es mit einem kohlenstoff-, bor- oder siliziumhaltigen Bindemittel vermischt worden ist. Dieses Bindemittel soll einerseits das Ziehisen einschmieren und dem Faden Konsistenz verleihen, andererseits aber sich in der Glühhitze zersetzen und einen nur schwachen Rückstand von

¹⁾ La lumière électrique T. XXXV, pag. 378.

²⁾ D.R.P. 115708 vom 3. September 1899.

Kohle, Bor oder Silicium hinterlassen. Als Beispiele für derartige Bindemittel gibt Blondel Teer, Pech, Zucker, Gummi, Harze, Kautschuk oder Lösungen dieser Stoffe in Wasser, Alkohol und Benzin an. Der elektrische Widerstand so hergestellter Glühkörper soll das Hundertfache des Kohlenwiderstandes betragen, und das Licht soll ein sehr ökonomisches sein.

Léon de Somzée¹⁾ in Brüssel hat gefunden, daß man den Glühkörpern aus Silicium geringe Mengen von Oxyden der seltenen Erden, wie Zirkonoxyd, Thoroxyd mit Spuren von Yttrium-, Cer-, Erbium- oder Didymoxyd zumischen kann, ohne merklich die elektrischen Verhältnisse derselben zu verändern, wohl aber ihnen ein bedeutend größeres Lichtemissionsvermögen zu verleihen.

Ebenfalls schwer schmelzbare Metalle oder Metalloxyde als Zusatz zu Glühkörpern aus Kohle verwendet Fritz Dannert²⁾ in Berlin. Nach seinem Verfahren stellt man Glühlampenfäden mit hohem Lichtemissionsvermögen her, indem man sie mit einem Gemisch von Kohle mit Metall bzw. Metalloxyden derart überzieht, daß der Überzug aus mehreren Schichten gebildet wird, deren Kohlengehalt von innen nach außen abnimmt, während der Gehalt an Metall zunimmt. Diesen Effekt erreicht man auf dem Wege eines Egalisierverfahrens, indem man die Fäden nacheinander in Bäder bringt, welche z. B. aus Alkohol und darin suspendierten Metallsalzen bestehen und vom geringsten Gehalt an Salzen anfangend bis zum höchst zulässigen steigen. Es wird dann zuerst mehr Kohle und weniger metallischer Körper, später umgekehrt, niederschlagen.

Ein recht zweifelhaftes Verfahren hat sich W. Boehm³⁾, Berlin, patentieren lassen. Es besteht darin, daß ein vegetabilischer Faden mit einer Lösung imprägniert wird, bei deren Verglühung in der Kohle ein stark lichtemittierendes Salz zurückbleibt. Als ganz hervorragend brauchbar eignet sich nach Boehm als Grundfaser Hanf, da derselbe eine genügende Dichtigkeit besitzt, die dem Eindringen der zur Imprägnierung verwendeten Salze so viel Widerstand entgegensetzt, daß sie zur Kondensation auf der Fadenoberfläche gezwungen sind, andererseits aber eine gewisse Porosität an der Fadenoberfläche ein festes Anhaften der Salzschrift gestattet.

¹⁾ D.R.P. 115709 vom 9. Dezember 1899.

²⁾ D.R.P. 111899 vom 19. November 1898.

³⁾ D.R.P. 111579 vom 20. Januar 1899.

Die zur Imprägnierung dienende Salzmasse gewinnt Boehm aus den Rinden gewisser Käsesorten! ganz besonders sollen die sich eignen, die an der Oberfläche stark verhärtet sind, und bei denen sich dort eine Menge gewisser Salze ablagern, z. B. Schweizer-, Holländer- und Emmenthaler Käse. Die Rinden werden verglüht und die Asche mit konzentrierter Borsäurelösung angerührt, so daß ein leichtflüssiger Brei entsteht. Der Hanffaden wird nun erst mit Schwefelsäure gekocht und dann mit diesem Brei imprägniert und geglüht. Die anfangs allerdings nur für sehr kurze Zeit eintretende erhöhte Lichtemissionsfähigkeit wird wahrscheinlich durch das durch Reduktion aus der Borsäure entstandene Bor bewirkt, nicht aber durch die Käsesalze.

Wie schon am Anfang dieses Abschnittes bemerkt wurde, war es noch nicht gelungen, durch Imprägnieren oder Metallisieren der Kohlenfäden eine Lampe mit besserer und lang anhaltender guter Lichtausbeute zu erreichen.

Anscheinend aber hat man in neuester Zeit durch Wiederaufnahme ähnlicher Versuche, die aber mit besseren Hilfsmitteln und in geschickterer Weise ausgeführt wurden, sehr gute fabrikatorische Resultate erzielt. So hat z. B. das Zirkonglühlampenwerk Dr. Hollefreund & Co. in Berlin eine Glühlampe mit 2,5 Watt pro Hefnerkerze auf den Markt gebracht, bei welcher der Kohlenfaden in bestimmter Weise mit einem metallischen Überzug, z. B. von Zirkon, versehen worden ist. Die Lampe besitzt einen Anfangswattverbrauch von 2,5 pro HK, der in ca. 400 Stunden auf 3,2 pro HK anwächst.

Ebenso stellt die General Electric Company eine metallisierte Kohlenfadenlampe her, deren Wattverbrauch 2.5 pro HK und deren mittlere Nutzbrenndauer 500 Stunden beträgt. Nach den Messungen von W. Wilcox¹⁾ soll sich die Stromkostenersparnis gegenüber gewöhnlichen Kohlenglühlampen recht günstig verhalten.

Von höchstem Interesse ist es schliesslich, daß auch das jetzt so vielfach für Fäden verwertete Wolfram schon früher (im Jahre 1889) dazu benutzt wurde, die Glühkohlen ganz wesentlich zu verbessern. Tibbits²⁾ tränkt z. B. Fäden aus Flachs und Seide mit einer Lösung von wolframsaurem Ammon und glüht sie dann in einer Wasserstoffatmosphäre bei etwa

¹⁾ Österr. Zeitschr. f. Elektrotechn. u. Maschinenbau 1906, Bd. 24, S. 709.

²⁾ La lumière électrique T. XXXIV pag. 379.

1800° C. Hierdurch wird die Wolframsäure reduziert und es scheidet sich das Wolfram im Innern und an der Oberfläche des Fadens als glänzendes hartes Metall ab.

Eine ähnliche Verwendung hat übrigens auch schon das Molybdänmetall¹⁾ gefunden. Rätselhaft erscheint es, daß die Fähigkeit dieser Metalle, ausgezeichnete Glühfäden zu liefern, nicht weiter studiert worden ist und jetzt erst, also nach 17 Jahren, endgültig zur Herstellung der bisher besten Glühlampe dient.

C. Verfahren zur Herstellung hohler Kohlen.

Zum Schluß seien noch kurz die Versuche erwähnt, welche die Herstellung hohler Kohlenfäden bezwecken. Zuerst verwendete man die von der Natur gelieferten Produkte, wie z. B. Strohhalme aus sehr dichten Gräsern. Diese wurden mit konzentrierter Schwefelsäure behandelt, um sie elastisch und biegsam zu machen. Man überzog auch geeignet starke Platin-drähte mit diesen Röhrchen und zog dieselben nach dem Biegen wieder heraus.

Diese Fäden waren naturgemäß sehr ungleich und wenig verarbeitungsfähig. Später schlug man auf Kupferdrähte nach Art der heutigen Präpariermethoden dichten Kohlenstoff nieder und löste hierauf den Kupferdraht durch Säuren wieder heraus. Aber auch diese Kohlen waren sehr zerbrechlich und nur wenig handlich. Ein besseres Verfahren gibt die Elektrotechnische Fabrik „Cannstadt“²⁾ in Cannstadt, Württemberg, an. Nach diesem Verfahren werden aus Textilstoffen gewirkte, geflochtene, gestrickte oder sonstwie erzeugte Röhrchen oder Schläuche verkohlt und die so erhaltenen harten Kohlen in den Lampen als Lichterzeuger verwendet. Zur Herstellung gekrümmter hohler Kohlen werden am besten hohle Zylinder aus Seide verwendet. Entsprechend lange Stücke dieser Röhrchen werden auf Dorne geschoben und hierauf mit einem karbonisierbaren Klebemittel, wie Gummi oder Stärkekleister, bestrichen. Nachdem dieses Klebemittel etwas getrocknet ist, zieht man die Röhrchen von den Dornen herunter, biegt sie in die gewünschte Form und läßt sie vollständig erhärten.

Um gerade Kohlenzylinder zu erzeugen, schneidet man auch das Gewebe in Streifen. Diese Streifen werden an einer Seite mit dem verkohlbaren Klebemittel bestrichen und dann

¹⁾ Krüger, Herstellung der elektrischen Glühlampe. S. 18.

²⁾ D.R.P. 29096 vom 17. August 1883.

um Dorne von entsprechenden Dimensionen gewickelt, wobei man nach Belieben auch zwei oder drei Lagen bilden kann. Bei dem bald eintretenden Trocknen des Gummis werden die auf diese Weise gebildeten hohlen Zylinder so hart, daß sie sich mit Leichtigkeit von dem Dorn herunterschieben lassen. Sie werden nun in der üblichen Weise karbonisiert.

Menschenhaare selbst zur Erzeugung von Glühkohlen verwendet C. Wetter¹⁾ in London. Nach seiner Annahme besteht ein geeignetes Verfahren darin, Haare zuerst in ein alkalisches Bad zu bringen, um die in den Haaren befindlichen Fettbestandteile gänzlich zu entfernen. Denselben Zweck erreicht er auch durch Behandeln der Haare mit verdünnter Schwefelsäure oder durch Erhitzen derselben auf eine zur Verdampfung des Fettes nötige Temperatur. Nach dem Waschen und Trocknen der Haare werden sie in die gewünschte Form gebogen und karbonisiert und sollen nun fertig sein zum Einsetzen in die Lampe. Der Erfinder will durch zahlreiche Versuche festgestellt haben, daß sich menschliches Haar besser eignet als tierisches. Die besten Resultate ergaben Chinesenhaare; er schreibt dies dem Umstand zu, daß dieses Haar gröber und rauher ist und einen viel gleichmäßigeren Querschnitt besitzt als das Haar anderer Menschenrassen. Nach der Ansicht des Erfinders liegt ein Hauptvorteil darin, daß dieses Haar immer leicht und billig (?) zu beschaffen ist und die erhaltenen Kohlen wesentlich zäher, biegsamer und viel dauerhafter sind als solche, die aus anderem Material hergestellt worden sind. Beim Karbonisieren erhalten sie weniger leicht Risse, und die Struktur bleibt auf der ganzen Länge der Fäden gleich, da die Haare einen wesentlich geringeren Prozentsatz an kieselsauren Alkalien usw. enthalten als z. B. Pflanzenfasern. Einen nicht zu unterschätzenden Vorteil bietet auch die rohrartige Gestalt der Haarkohle, da die gleiche Masse Kohle eine bedeutend größere strahlende Oberfläche darbietet als ein massiver Kohlendraht.

Schließlich hat man auch gelernt, nach dem Nitrozellulose- und dem Chlorzinkverfahren hohle Kohlenfäden herzustellen. Dieselben werden an geeigneter Stelle später besprochen.

¹⁾ D.R.P. 21 371 vom 9. Juni 1882.

III. Die heutigen modernen Verfahren.

A. Vorbemerkungen.

Im folgenden Abschnitt sollen nun mit genügender Ausführlichkeit die verschiedenen Verfahren, wie sie jetzt in den bedeutendsten Glühlampenfabriken angewendet werden, beschrieben werden. Jede Fabrik besitzt naturgemäfs Anordnungen und bestimmte vorteilhafte Arbeitsweisen, die sie streng geheimhält. Es ist deshalb unmöglich, alles Wissenswerte in präziser Weise mitzuteilen. Da der Verfasser jedoch viele Jahre in den gröfsten Fabriken des Kontinentes selbständig die Fabrikation der Glühfäden und Kohlen geleitet hat, so ist er in der Lage, die Herstellung nach dem Nitrozellulose- und Chlorzinkverfahren zuverlässig bis ins kleinste anzugeben; was das neuerdings wieder in Anwendung kommende Kupferoxydammoniakverfahren anbelangt, so mußte er sich lediglich auf Angaben von befreundeten Glühlampentechnikern verlassen. Im übrigen ist das letztere Verfahren noch wenig ausgebildet; Fabrikationserfahrungen sind im grofsen noch nicht zu erreichen gewesen.

Es muß hier gleich im voraus bemerkt werden, dafs die Herstellung der Kohlen wohl die wichtigste Frage und Grundlage für erstklassige Glühlampen ist. Es muß bei allen Verfahren viel Sorgfalt und Geschick angewendet werden, um ein immer gutes und gleichmäfsiges Produkt zu erhalten. Schon die Aufserachtlassung geringfügiger und nebensächlich erscheinender Mafsnahmen kann das Gelingen der Fäden vollständig in Frage stellen. Denn gerade auf der erwähnten gleichmäfsigen Beschaffenheit der Kohlen, d. h. auf gleichem runden Querschnitt und gleichem elektrischen Widerstand, beruht die Lichtausbeute und die Berechnung der Fäden.

Die Hauptbedingungen zur Herstellung guter, elastischer und widerstandsfähiger Kohlen sind folgende:

1. Verwendung absolut reiner Rohmaterialien von immer möglichst gleicher Beschaffenheit;
2. Herstellung einer sauberen Masse von gleicher Zusammensetzung und Viskosität;
3. Anwendung eines absolut gleichen Druckes beim Pressen der Fäden;
4. ein fast theoretisches Denitrieren oder Reduzieren der Fäden (Nitrozelluloseverfahren);
5. ein sauberes Entsäuern und Waschen der Fäden;
6. ein gleichmäßiges, möglichst rasches Trocknen;
7. ein gutes, langsam fortschreitendes Vorkarbonisieren;
8. ein starkes Glühen, welches der Temperatur der Kohle beim Leuchten in der Glasglocke möglichst nahekommen soll.

Man sieht also, daß die Fabrikation dieser einfach erscheinenden Kohlenfäden doch mehr Schwierigkeiten bietet, als man anfänglich vermutet hat. Sind aber alle diese Bedingungen gewissenhaft erfüllt, so kann man mit ziemlicher Bestimmtheit darauf rechnen, ein immer normal gutes Material zu erhalten, obwohl es öfters aus nicht völlig aufgeklärten Gründen vorkommt, daß eine ganze Anzahl Kohlen den Glühofen unbrauchbar verläßt. Um diesen unangenehmen Zufällen möglichst zu begegnen, hat man eben einen eisernen Bestand an guten Kohlen von den gangbarsten Sorten beständig auf Vorrat zu halten. Dieser muß sofort wieder ergänzt werden, wenn er aus irgendeinem Grunde, z. B. Mißraten einer Karbonisation oder nicht vorhergesehenem starkem Verbrauch einer bestimmten Sorte, angegriffen worden ist.

Es ist nun bei der Bearbeitung der zu beschreibenden Verfahren folgender Weg eingeschlagen worden: Zuerst sind die nötigen Rohmaterialien und ihre Eigenschaften angeführt worden; dann folgen die genauen chemischen Untersuchungen derselben und ihre Verarbeitung. Wie schon früher erwähnt wurde, ist man gezwungen, Materialien zu verwenden, die sich durch besondere Eigenschaften und große Reinheit auszeichnen. Es muß hierbei bemerkt werden, daß es keine Fabrik, die erstklassiges Material herzustellen bestrebt ist, unterlassen sollte, diese Prüfungen vorzunehmen, da die chemische Untersuchung die Mittel bietet, schlechte Lieferungen sofort von

der weiteren Verarbeitung auszuschließen und dadurch späteren Ärger und Verluste zu vermeiden. Es ist deshalb ganz besonders großer Wert darauf gelegt worden, die besten Methoden ausführlich anzuführen, um dem Betriebschemiker das zeitraubende Zusammensuchen in analytischen Werken und Zeitschriften zu ersparen.

B. Das Eisessigkollodium- oder Nitrozelluloseverfahren.

Das heutige Verfahren ist direkt aus dem schon angeführten Patent von Joseph Wilson Swan entstanden. Es beruht auf der bekannten Eigenschaft der Lösung von Nitrozellulose in Eisessig, beim Eintritt in Wasser zu erstarren und dabei die Form der Austrittsöffnung anzunehmen. Lösungen der Kollodiumwolle in Alkohol und Äther werden zur Herstellung von Glühfäden nicht mehr angewendet, wohl aber noch zur Fabrikation der künstlichen Seide, indem man diese Lösungen aus äußerst feinen Öffnungen austreten läßt und die sehr schnell fest werdenden Fäden sofort verspinn.

1. Die Rohmaterialien, ihre Eigenschaften und Untersuchung.

a) Kollodiumwolle, Tetranitrozellulose oder Pyroxylin.

Die chemische Formel der Kollodiumwolle ist $C_{12}H_{16}(NO_2)_4O_{10}$. Sie hat ungefähr 11 bis 12 % Stickstoff in Form von NO_2 . Die Nitrierung soll nicht zu hoch sein, da höher nitrierte Wolle sich immer schwerer löst und später beim Denitrieren der Fäden der Schwefelammonverbrauch ein verhältnismäßig zu großer sein würde. Die Nitrozellulose, aus Baumwolle hergestellt, soll rein weiß oder nur schwach gelblich aussehen und noch vollständig die Struktur der Baumwolle besitzen. Im allgemeinen zieht man sehr langfaserige Wolle der kurzfasrigen vor.

Die Wolle soll sich leicht in einem Gemisch von Alkohol und Äther, ebenso in Amylacetat und Eisessig vollständig ohne Trübung lösen. Nimmt man von der sirupösen Lösung einen Teil auf einem Glasstab ab und läßt die Masse im Wasser erhärten, so soll die gebildete harte Haut nicht milchig-trübe aussehen, sondern vollkommen glasig-durchsichtig sein. Trübe Masse deutet auf geringere Festigkeit im späteren Faden.

Es ist wirklich schwer, von diesem Material ein immer gleichmäßiges Produkt zu erhalten, auch wenn man es vom selben Fabrikanten bezieht. Es liegt nicht vollständig in der Hand des Chemikers, die Baumwolle, aus der die Kollodiumwolle durch Behandlung in einem Gemisch von konzentrierter Salpeter- und Schwefelsäure entsteht, immer gleichwertig zu nitrieren. Je nach der Konzentration der verwendeten Säuren, der Temperatur und Länge der Einwirkung erhält man verschiedene Wollen, die sich als Gemische von niedriger und höher nitrirten Produkten herausstellen. Der Glühlampentechniker bemerkt auch schon geringe Unterschiede in der Qualität an der verschiedenen Viskosität der Lösungen. Man kann aber mit Leichtigkeit diese Unterschiede ausgleichen, wie später bei der Herstellung der Masse angegeben ist.

Die Prüfung der Wolle ist ohne große Schwierigkeiten auszuführen. Ob man wirklich Nitrozellulose vor sich hat, erkennt man am blitzartig raschen Abbrennen der Wolle und an der Löslichkeit in den oben angegebenen Lösungsmitteln. Hierbei ist zu bemerken, daß die Hexanitrozellulose in diesen Mitteln unlöslich ist. Man kann deshalb noch folgende Prüfung vornehmen: Betupft man eine Probe Wolle mit einer Lösung von Jod in Jodkalium und befeuchtet nachher die betupfte Stelle mit verdünnter Schwefelsäure, so färbt sich Baumwolle blau, Kollodiumwolle dagegen gelb.

Die Feuchtigkeit bestimmt man durch Trocknen von ca. 5 g Wolle bei 40 bis 45° C. bis zur Gewichtskonstanz. Man hat hierbei zu bedenken, daß die Temperatur ja nicht erhöht wird, da schon bei 50° eine merkliche Zersetzung der Nitrozellulose eintritt.

Der Rückstand soll nie mehr als 0,1 bis 0,2% betragen. Höhere Rückstände beeinträchtigen die Qualität der fabrizierten Fäden und Kohlen. Sehr silikatreiche Asche gibt zum Teil auch Veranlassung zum Verkrümmen oder Verziehen der Kohlen während des Präparierens, während stark eisen- und alkalihaltige Rückstände das Zerstäuben der Kohle beim Brennen im Vakuum sehr fördern. (Näheres s. S. 79.) Die Rückstandsbestimmung selbst, soweit sie für den vorliegenden Zweck in Betracht kommt, wird mit genügender Genauigkeit etwa folgendermaßen ausgeführt: Man wägt ca. 2—3 g trockene Wolle ab, bringt sie in einen Porzellantiegel und befeuchtet sie vollkommen mit Paraffinöl, welches, für sich allein verascht, absolut keinen Rückstand hinterläßt. Man zündet nun

vorsichtig an. Die Wolle wird ohne Explosion abbrennen, bis ein geringes weißes oder gelbliches Faserengerüst übrigbleibt. Man glüht nun stark etwa eine halbe Stunde lang, läßt erkalten, befeuchtet mit einer konzentrierten Lösung von kohlsaurem Ammon in destilliertem Wasser und glüht weiter bis zur Gewichtskonstanz. Diese Methode liefert sehr genaue Resultate und kann mit einigem Nutzen angewendet werden.

Die Stickstoffbestimmung wird mit dem Lungeschen Gasvolumeter¹⁾ ausgeführt. Man wägt etwa 0,5 g Nitrozellulose in einem Wägefläschchen genau ab, fügt etwas konzentrierte Schwefelsäure hinzu und läßt ca. 1 Stunde stehen, bis sich die Wolle vollständig gelöst hat. Hierauf wäscht man sie mit konzentrierter Schwefelsäure in das Nitrometer ein und spült das Fläschchen, ebenso den Fülltrichter mit ca. 10 ccm verdünnter Schwefelsäure nach. Nach erfolgtem Schütteln des Nitrometers in der bekannten Weise läßt man abkühlen. Man liest nun nach ca. $\frac{1}{2}$ Stunde die Anzahl der entwickelten Kubikzentimeter Stickoxyd ab und kann hieraus in bekannter Weise den Stickstoff berechnen und so die Art der Nitrozellulose feststellen.

Interessant ist es auch für den Glühkohlentechniker, zu wissen, wie viel nicht-nitrierte Baumwolle in seinem Rohmaterial enthalten ist. Es soll nicht unterlassen werden, von Zeit zu Zeit auch diese Prüfung vorzunehmen, da die nicht-nitrierte Wolle beim späteren Filtrieren der Masse entfernt werden muß und einen Verlust an nutzbarem Material bedeutet. Man verfährt nach dem von Lunge²⁾ angegebenen, sehr empfehlenswerten und wenig zeitraubenden Verfahren, wie folgt: 5 g trockener Kollodiumwolle werden $\frac{1}{2}$ Stunde lang mit einer heiß gesättigten Lösung von Schwefelnatrium gekocht, dann 24 Stunden stehen gelassen und dekantiert. Hierauf kocht man nochmals $\frac{1}{2}$ Stunde lang mit frischer Schwefelnatriumlösung. Der verbleibende Rückstand wird auf einem getrockneten und gewogenen Leinwandfilter gesammelt und mit heißem Wasser so lange gewaschen, bis das Filtrat, mit essigsaurem Blei versetzt, keine Braunfärbung mehr ergibt. Hierauf wäscht man ihn mit verdünnter Salzsäure und schließlich mit destilliertem Wasser, bis das Filtrat mit Silbernitratlösung keine Chlorreaktion mehr gibt. Man trocknet das Filter, löst

¹⁾ Lunge, Untersuchungsmethoden, Bd. II, S. 488.

²⁾ Ebenda Bd. II, S. 491.

den Rückstand ab, bringt ihn auf ein Uhrglas und trocknet bei 50° bis zur Gewichtskonstanz. Das Gewicht des getrockneten Filters, abzüglich des Gewichtes der Asche, welches man durch Glühen des Filters im Platintiegel erhält, ergibt das Gewicht der nicht nitrierten Zellulose. Die Bestimmung ist leicht und sauber auszuführen und ergibt genaue Zahlen.

Eine zweite Methode, die vorzugsweise in Nordamerika angewendet wird, ist folgende: Eine genau gewogene und getrocknete Menge Kollodiumwolle wird mit einer Lösung von zinnsaurem Natron $\frac{1}{2}$ Stunde lang gekocht. Man läßt 24 Stunden absetzen und dekantiert. Der Rückstand wird nochmals mit frischer Lösung gekocht. Der nunmehr verbleibende Rückstand wird dann auf gewogenem Filter gesammelt und mit destilliertem Wasser gewaschen. Hierauf wäscht man so lange mit einer 5%igen Salzsäure, bis die Metallsalze entfernt sind, und endlich mit destilliertem Wasser bis zur Neutralität. Man trocknet bis zur Gewichtskonstanz und wiegt.

Das Verfahren von Lunge und Weintraub¹⁾ anzugeben, würde den Rahmen dieses Buches überschreiten.

Eine ausgezeichnete, für Fädenfabrikation mit Vorteil verwendbare Nitrozellulose ist die aus Hanf oder Ramie (China-gras) hergestellte. Die Lösung ist dicker und etwas dunkler gefärbt als die der gewöhnlichen Kollodiumwolle; sie besitzt aber eine außerordentliche Zähigkeit, welcher Umstand ja gerade für die Fadenfabrikation von besonderer Wichtigkeit ist.

Bezieht man Kollodiumwolle in größeren Mengen, so erhält man sie nach polizeilicher Vorschrift mit 25—30% destilliertem Wasser angefeuchtet. Man ist daher gezwungen, sie zu trocknen. Das Trocknen wird so ausgeführt, daß die Wolle möglichst fein zerzupft und dann auf Gazehorden ausgebreitet wird. Der Raum, in dem diese Trocknung vor sich geht, wird durch geeignet angebrachte Dampfheizung auf ca. 40° C temperiert und die Wolle öfters umgewendet. Ein absolut trocknes Produkt erhält man auf diese Weise nach 2—3 Tagen. Bei dieser Arbeit muß man sehr vorsichtig sein, da trockne Nitrozellulose durch Reibung elektrisch wird und überspringende kleine Fünkchen eventuell Veranlassung zu einer Explosion geben können.

Weiter ist anzuraten, die Wolle nach dem Trocknen möglichst sofort weiterzuverarbeiten, da sie sich schon bei

¹⁾ Ztschr. f. angew. Chem. 1899, S. 473.

gewöhnlicher Temperatur langsam zersetzt; welche ungünstigen Einflüsse derartige Wolle auf die Verarbeitung und die Qualität der Fäden und Kohlen ausübt, wird bei der Herstellung der Spritzmasse näher angegeben werden (s. S. 38).

Das zweite verwendete Rohmaterial ist der

b) Eisessig, Acidum acetum glaciale. CH_3COOH

Eisessig ist eine wasserhelle Flüssigkeit, die bei niedriger Temperatur zu einer eisähnlichen Masse erstarrt und bei 117°C siedet. Da Eisessig hygroskopisch ist, ist er in dicht verschlossenen Ballons aufzubewahren. Er soll mindestens 99 % Essigsäure enthalten. Das spez. Gewicht bei 15°C beträgt 1,058.

Bei der Bestimmung des Gehaltes mit dem Aräometer ist zu beachten, daß eine Säure mit ca. 47 % Gehalt ungefähr dasselbe spez. Gewicht besitzt, als eine solche von 99 %. Beim Wasserzusatz zum 99 %igen Präparat tritt zunächst eine Kontraktion und damit auch ein Steigen des spez. Gewichtes ein, dessen Maximum bei 77 % liegt (1,076). Beim weiteren Verdünnen fällt das spez. Gewicht wieder. Man verfährt nun so, daß man zuerst das spez. Gewicht des erhaltenen Produktes feststellt, hierauf Wasser zugibt und nochmals mißt.

Besser und nur wenig mehr zeitraubend ist es, den Gehalt an Essigsäure titrimetrisch festzustellen. Man titriert eine gemessene Menge Säure, die mit einem bestimmten Quantum destilliertem Wasser (z. B. 1 ccm Säure auf 100 ccm Wasser) verdünnt worden ist, mit Normalkalilauge unter Verwendung von Phenolphthalein als Indikator in bekannter Weise. 1 ccm verbrauchter Kalilauge entspricht dann 0,06 g CH_3COOH .

Außerst wichtig ist selbstverständlich auch die Prüfung auf Metalle und Erden, da diese den Rückstand im Faden erhöhen und so sehr schädlich wirken können. Man nimmt hier nur eine qualitative Untersuchung vor, da man Eisessig mit sichtbaren Mengen von Metallen und Erden von der weiteren Verarbeitung ausschließt und dem Lieferanten zur Verfügung stellt. Dem Verfasser kamen bisweilen Eisessigsorten vor, die ganz beträchtliche Mengen von Kupfer und Kalk enthielten. Zur Prüfung verdünnt man etwa 25 ccm Eisessig mit 100 ccm destilliertem Wasser und erwärmt auf $40\text{--}50^\circ\text{C}$. Bei Zugabe von Schwefelwasserstoffwasser darf auch nach längerem Stehen keine Braunfärbung erscheinen. Weiter sollen 10 ccm

Eisessig mit 10 ccm destilliertem Wasser verdünnt und mit überschüssigem konzentrierten Ammon versetzt, nach mehrstündigem Stehen in der Wärme auch nach Zusatz von Schwefelammon und Ammonoxalatlösung nicht getrübt werden.

Chlorbaryumlösung darf keinen weissen Niederschlag erzeugen (Anwesenheit von Schwefelsäure); Silbernitratlösung darf nach Zugabe von Salpetersäure die Eisessigsäure ebenfalls nicht trüben (Anwesenheit von Salzsäure).

Der Eisessig soll ferner keine empyreumatischen Bestandteile und Azeton enthalten. Man erkennt dieselben sofort nach dem vollständigen Neutralisieren der Säure mit Alkalilauge am Geruch.

c) Gelatine¹⁾.

Nur die beste im Handel erhältliche Gelatine sollte zur Verwendung gelangen. Sie wird zwar nicht allgemein als Zusatz gebraucht, sondern ist zum grössten Teil schon durch das Alkalikarbonat verdrängt worden; jedoch arbeiten sogar grössere Fabriken noch damit, die Art und Weise ihrer Verwendung sei deshalb angeführt.

Gelatine soll aus farblosen Tafeln oder Streifen bestehen von glasartigem Glanz und darf weder Geschmack noch Geruch besitzen. Sie quillt mit kaltem Wasser stark auf, löst sich leicht in heissem Wasser und Eisessig, nicht aber in Alkohol und Äther. Die heisse, wässrige Lösung mufs klar, höchstens aber opalisierend sein. Der Wassergehalt soll möglichst gering sein, ebenso sollen nur Spuren von Säuren vorhanden sein. Die Rückstands- und Feuchtigkeitsbestimmung führt man nach den schon beschriebenen Methoden aus.

d) Alkalikarbonat, Kalium oder Natrium carbonicum siccum purissimum. K_2CO_3 oder Na_2CO_3 .

Diese Salze werden der Masse in bestimmter Menge zugesetzt, um den gespritzten Faden beim Eintritt ins Wasser schneller erhärten zu lassen und demselben eine grössere Festigkeit zu verleihen. Zur Verwendung gelangt nur das vollkommen entwässerte und pulverisierte Präparat. Da die Alkalikarbonate sehr hygroskopisch sind, mufs man dieselben

¹⁾ Lunge III, S. 827. — Mercks Jahresberichte 1900, S. 31. — O. Wielen, Pharm. Zeitung 1901, S. 362.

in gut verschlossenen Gefäßen aufbewahren. Man gebrauche immer die Vorsicht, dasselbe vor jeder Bereitung von Kollodiummasse nochmals zu entwässern, indem es in einer Tonschale zwei Stunden lang auf 125°C erhitzt wird.

Es wird verschiedentlich die Meinung vertreten, daß Kohlen aus Masse mit Kaliumkarbonat ein entschieden weißeres Licht ausstrahlen sollen als solche, die mit Natriumkarbonat erzeugt worden sind. Es ist jedoch dem Verfasser nicht gelungen, den geringsten Unterschied feststellen zu können. Das gesamte gebildete essigsäure Alkali soll und muß doch bei dem Auswaschprozeß der Fäden vollständig entfernt werden. Die geringen zurückbleibenden Spuren, die wohl spektroskopisch noch nachzuweisen sind, sind nicht imstande, irgendwelchen merkbaren Einfluß auf die Färbung des emittierten Lichtes auszuüben.

Zur Untersuchung des Karbonates löst man 10 g in 50 ccm destilliertem Wasser. Diese Lösung darf, mit Schwefelwasserstoff versetzt, auch nach längerem Stehen keine Braunfärbung zeigen (Anwesenheit von Schwermetallen).

Auch die Prüfung auf Erden muß ein negatives Resultat ergeben. Ganz besonders muß die Abwesenheit von Kieselsäure festgestellt werden. Zu diesem Zweck löst man 5 g Karbonat in 20 ccm Wasser und gibt tropfenweise verdünnte Salzsäure hinzu, bis die gesamte Kohlensäure ausgetrieben ist. Hierauf wird zur Trockene verdampft, der Rückstand mit Salzsäure befeuchtet und wieder eingedampft. Der nun erhaltene Rückstand wird eine halbe bis eine Stunde lang auf 120°C erhitzt, mit heißem Wasser ausgelaugt und filtriert auf gewogenem Filter. 5 g Karbonat sollen auf diese Weise behandelt keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

e) Gelbes Schwefelammonium¹⁾. $(\text{NH}_4)_2\text{S}$.

Das zum Denitrieren oder Reduzieren der Fäden nötige Schwefelammon ist eine hellgelbe Flüssigkeit, die vollständig klar ist und keinen Bodensatz von Schwefeleisen zeigen darf. Es soll einen geringen Überschufs von Ammoniak haben, da es sich sonst leicht unter Bildung von Polysulfiden zersetzt und somit einen Teil seiner denitrierenden Wirkung verliert.

¹⁾ H. Weber, Chemikerzeitung 1905, S. 281.

Im allgemeinen wendet man eine Schwefelammonlösung von 18 bis 25 % Gehalt an.

50 ccm zur Trockene verdampft und gegläht sollen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

Zur Wertbestimmung des Schwefelammons, d. h. zur Bestimmung des Gehaltes an wirksamen $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ titriert man mit $\frac{1}{10}$ Normal-Jodlösung. Man löst 12,7 g reines, mehrfach umsublimiertes Jod in 1 l destilliertem Wasser; es wird hierbei am besten so verfahren, daß das Jod in einen Literkolben gebracht wird, in dem sich eine Lösung von 15 g Jodkalium in 30 ccm Wasser befindet. Nachdem der Kolben verschlossen worden ist, schüttelt man öfters um, bis sich das Jod ganz gelöst hat, und füllt nun bis zur Marke auf. Diese Lösung wird nun zur Kontrolle auf genaue $\frac{1}{10}$ Normal-Thiosulfatlösung eingestellt und eventuell entsprechend korrigiert.

Zur Bestimmung verdünnt man nun 1 ccm des Schwefelammons zu 1 l, nimmt hiervon 10 ccm in einen kleinen Erlenmeyerkolben und gibt 1 bis 2 Tropfen Stärkelösung hinzu. Man läßt nun aus der Bürette so lange Jodlösung hinzufließen, bis die Schwefelammonlösung dauernd schwach blau gefärbt worden ist. Die verbrauchten Kubikzentimeter Jodlösung, mit 3,4 multipliziert, ergeben sofort den Prozentgehalt an $(\text{NH}_4)_2\text{S}$.

2. Die Herstellung und Eigenschaften der Spritzmasse.

Die Lösung der trockenen Kollodiumwolle nimmt man entweder in gut glasierten Steinguttöpfen oder auch in Glasflaschen mit sehr weitem Hals vor, die ein genügend großes Fassungsvermögen besitzen. Zweckmäfsig sind Gefäße, die ca. 50 Liter Inhalt haben.

Stellt man die sogenannte Karbonatmasse her, so verfährt man am besten so, daß man zuerst einen Teil der nötigen Wolle in das Gefäß bringt, dann das ganze Quantum Karbonat darauf ausbreitet und zuletzt den Rest der Wolle darüber legt. Hierauf wird der Eisessig darüber gegossen. Es beginnt sofort eine lebhaft Kohlensäureentwicklung; die sich durch die zähe Masse arbeitenden und aufsteigenden Gasblasen verrichten hier schon ein teilweises Mischen der Masse. Es ist nun nötig, mit einem dicken Glasstab oder Eichenholzknüppel kräftig umzurühren, einesteils um das Übersäumen der Masse zu verhindern, andernteils, um das innige Mischen rasch zu be-

fördern. Das Umrühren muß fleißig fortgesetzt werden, da sich sonst ein schwer löslicher Bodensatz bildet. Diese Arbeit dauert sehr lange und ermüdet sehr leicht den Arbeiter. Es ist deshalb besser, ein geeignetes Rührwerk aus hartem Holz zu benutzen, welches ein inniges Mischen viel schneller und sorgfältiger bewirkt. Dieses besteht aus einer ca. 5 cm starken Holzwelle (Fig. 9), an die in geeigneter Weise Holzschaukeln mit Durchbrechungen angebracht sind. Die Durchbohrungen der Schaukeln sollen wiederum ein gutes Abscheeren der Masse

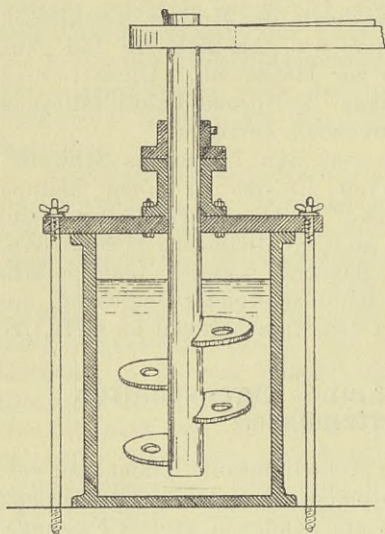


Fig. 9.

befördern. Die vollständige Lösung dauert ca. 24 Stunden.

Nach anderem Verfahren gibt man die bestimmte Menge Alkalikarbonat zu dem Eisessig und bringt diese Lösung erst mit der Kollodiumwolle zusammen. Dies ist jedoch weniger praktisch, da hier die Mischarbeit der entwickelten Kohlensäure nicht benutzt wird.

Will man Gelatinemasse herstellen, so löst man am besten die Kollodiumwolle und die Gelatine einzeln für sich in Eisessig und mischt beide Lösungen erst später zusammen.

Man verwendet nun je nach der Art der Fabrikation und dem Querschnitt der

Düsen Massen verschiedener Konzentrationen. Für stärkere Fäden stellt man sich dickere Masse her, für schwächere Fäden dünnere. So verwendet man z. B. folgende Karbonatmassen:

für Düsen von 0,25—0,40 mm Durchmesser

5,00 kg Kollodiumwolle	} Masse 1 : 9,
45,00 kg Eisessig	
2,25 kg Alkalikarbonat	

für alle stärkeren Düsen

5,0 kg Kollodiumwolle	} Masse 1 : 6.
30,0 kg Eisessig	
1,5 kg Alkalikarbonat	

Bei Anwendung von Gelatine als Zusatzmaterial bedient man sich etwa folgender Verhältnisse:

1 kg Kollodiumwolle gelöst in 8 kg Eisessig	} Masse 1:5,
1 kg Gelatine " " 2 kg "	
und beides vermisch	

und

1 kg Kollodiumwolle gelöst in 10 kg Eisessig	} Masse 1:6.
1 kg Gelatine " " 2 kg "	
und beides vermisch	

Die Gelatinemasse sieht nicht ganz so hell und durchsichtig aus wie die Karbonatmasse, doch wird die Qualität der Fäden hierdurch nicht beeinträchtigt.

Zu bemerken ist nun noch, daß es ratsam ist, sich die erwähnten Kollodiumlösungen unter allen Umständen selbst zu bereiten und nicht etwa fertig von einer Fabrik zu beziehen. Abgesehen davon, daß man sich dabei auf die Sauberkeit und peinlich genaue Verarbeitung durch Fremde verlassen muß, weiß man niemals recht, welche Art von Wolle gelöst worden ist, und dies läßt sich in der gelösten Masse sehr schwer feststellen. Im Winter tritt der Übelstand hinzu, daß die Masse meist gefroren ankommt und das Auftauen derselben gerade keine angenehme Arbeit ist. Auch sollte man niemals Kollodiumabfälle, wie sie notwendigerweise entstehen müssen, zu neuer Masse hinzufügen, um sparsam zu arbeiten. Man verdirbt sich regelmäsig die gute Masse; der hierdurch hervorgerufene Schaden, der sich gewöhnlich erst in späteren Fabrikationsstufen zeigt, ist jedenfalls größer, als die geringe Ersparnis an Masse.

Wie schon früher bei der Besprechung der Eigenschaften der Kollodiumwolle bemerkt worden ist, hat auch das Alter der trockenen Wolle einen sehr ungünstigen Einfluß auf die Güte der hergestellten Fäden. Es ist nicht möglich, trockene Wolle lange aufzubewahren, da dieselbe nur begrenzt haltbar ist und sich langsam, zumal an warmen Orten, unter Abspaltung von Salpetersäure zersetzt. Der Verfasser hatte Gelegenheit, eine derartige Wolle auf ihre Güte in bezug auf Haltbarkeit der Fäden zu untersuchen. Aus Unachtsamkeit des Arbeiters waren 2 kg Kollodiumwolle, die in einer Glasflasche mit gutschließendem Stopfen aufbewahrt wurden, zirka ein halbes Jahr stehen geblieben. Beim Öffnen der Flasche konnte man deutlich schwach gelbliche nitrose Dämpfe bemerken. Die Wolle fühlte sich rauher an als in frischem Zustande und liefs sich mühelos

zerbröckeln. 1 kg dieser Wolle wurde in bekannter Weise gelöst; die Lösung sah sehr trübe aus (wahrscheinlich infolge von fein zerteiltem, ungelöstem Zellstoff) und wurde auch nicht viel besser nach sorgfältigem Filtrieren. Aus dieser Masse hergestellte Fäden waren sehr mürbe und platzten beim Trocknen auf den Trommeln zum größten Teil ab. Das zweite Kilogramm Wolle wurde noch ein Vierteljahr länger stehen gelassen; die Wolle war hernach in grobes Pulver zer-

fallen, über dem rotbraune nitrose Dämpfe standen. Die Lösung war vollständig undurchsichtig; aus ihr hergestellte Fäden hatten vollkommen ihre Zugfestigkeit verloren und platzten sämtlich von den Trommeln ab. Es war nur möglich, einen Teil dieser Fäden aufgewickelt zu bekommen, dadurch, daß dieselben zirka zwei Stunden lang in Alkohol liegen gelassen wurden, um das Wasser aus den Fäden zu entfernen. Aber auch die aus dieser Masse hergestellten Kohlen zeigten sehr schlechte Eigenschaften. Sie waren morsch und brüchig; die durch das Präparieren aufgeschlagene Kohlenschicht war nicht haltbar, sondern platzte sehr leicht ab.

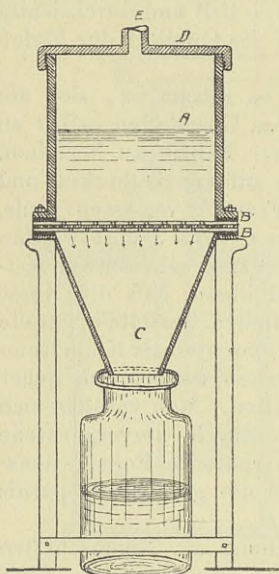


Fig. 10.

3. Das Filtrieren der gelösten Masse.

Durch das Filtrieren der Masse wird nicht nur die Ausscheidung von allerhand Unreinlichkeiten, ungelöstem Zellstoff usw., bewirkt, sondern auch gleichzeitig ein nochmaliges inniges Durchmischen veranlaßt. Zum Filtrieren kann man sich des Druckes oder Vakuums bedienen. Folgender Filtrierapparat, der aus Silberblech hergestellt ist, wird mit Vorliebe verwendet (Fig. 10).

A ist ein zylindrischer Körper, der nach dem Einfüllen von Masse mittelst des aufschraubbaren Deckels D luftdicht abgeschlossen werden kann. E ist das Druckzuleitungsrohr. C ist der konische Ablauftrichter aus Silber, der mittelst Flanschen

an den Körper *A* angeschraubt werden kann. Die gute Abdichtung geschieht mittelst der Gummiringe *B B*. Zwischen *A* und *C* liegt nun zuerst oben eine vielfach durchlochte runde Silberplatte, dann folgt eine doppelte Lage von feinsten Seiden- oder Müllergaze (1 qcm = ca. 1200 Maschen) und dann wieder eine durchlochte Silberplatte. Das Filtriermittel, die Gaze, ist bei dieser Anordnung vollkommen vor dem Zerreißen infolge des Druckes geschützt. Die Dimensionen des Apparates wählt man so, daß 20 kg Masse bei einem Druck von 1,5 bis 2 Atmosphären innerhalb 30 Minuten hindurchgepresst werden können.

Neuerdings verwendet man auch hydraulische Filterpressen. Das Filter besteht aus einer 10 mm dicken Lage reiner Watte, die zwischen Seidenbeuteltüchern und silbernen durchlochten Platten liegt. Je nach der Konsistenz und Filtriergeschwindigkeit

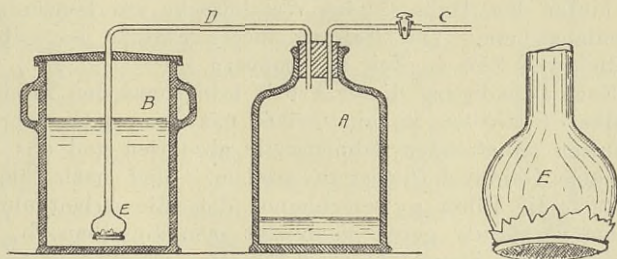


Fig. 11.

muß man einen Druck von 15 bis 25 Atmosphären anwenden. Die erzielte Reinheit ist hierbei eine außerordentlich große.

Bedeutend billiger und sehr zweckentsprechend ist folgender Apparat, bei dem die Masse mittelst Vakuums durch das Filter gesaugt wird (Fig. 11). Er ist vollständig aus Glas, so daß man das Filtrieren genau beobachten kann.

In den Steintopf *B*, in dem die zu filtrierende Masse gemischt worden ist, wird ein Glastrichter *E*, der mit doppelter feiner Seidengaze überspannt ist, bis nahe auf den Boden gebracht. Dieser Trichter ist durch ein Glasrohr *D* von ca. 20 mm lichter Weite mit einer Glasflasche *A* verbunden, die mit Hilfe einer Körtingschen Wasserstrahlpumpe evakuiert werden kann. Die Abdichtung des Gefäßes *A* geschieht mittelst gut schließenden Gummistopfens. Beim Ansaugen durch *C* wird nun in *A* ein genügend großes Vakuum entstehen und die

Masse durch das Filter *E* nach *A* herüberströmen. Es ist hierbei zu beachten, daß die Essigsäure eine ziemlich große Dampftension besitzt und ein Teil derselben deshalb verloren gehen würde. Man würde so eine Masse erhalten, die eine erheblich dickere Konsistenz hätte als die gewünschte. Um dies zu verhüten, evakuiert man schnell und schließt hierauf den Hahn *C*. Die Masse wird nun so lange herübersteigen, als das Vakuum die Reibung derselben in dem Glasrohr *D* zu überwinden vermag. Ist das Vakuum nach einiger Zeit nicht mehr genügend, so öffnet man wieder auf kurze Zeit den Hahn *C*.

Das Filtrieren geht hier ebenfalls sehr rasch vor sich. Nach diesem Verfahren ließen sich 50 kg Masse in ca. drei Stunden sauber filtrieren. Um die Pumpe vor zu schneller Zerstörung durch die Essigsäuredämpfe zu schützen, schaltet man hinter dem Hahn *C* eine Waschflasche mit konzentrierter Natronlauge ein. Die Füllung dieser Flasche ist selbstverständlich von Zeit zu Zeit zu erneuern.

Nach Beendigung dieser Arbeit bringt man den Trichter *E* mit dem Gazefilter in ein Gefäß mit reinem Eisessig, um die außen anhaftenden Schmutzteile abzulösen und das Filter zu neuem Gebrauch fertig zu machen. Sind nach längerem Gebrauch die Filter so verschleimt, daß die Arbeit nur sehr langsam vonstatten geht, so bindet man dieselben ab, kocht sie eine halbe Stunde lang in Eisessig, wäscht gut aus und trocknet. Diese gereinigten Filter haben dieselbe Festigkeit, wie neue, und können nun wieder eine Zeitlang gebraucht werden.

Wie schon früher erwähnt wurde, ist es nicht möglich, immer vollkommen gleiche Wolle zu erhalten. Da nun die Massen, die aus solchen verschiedenen Produkten hergestellt sind, kleine Abweichungen hinsichtlich ihrer Konsistenz und Viskosität ergeben, so ist es sehr angebracht, die einzelnen Portionen zu einer einzigen großen Masse zu vereinen und nochmals tüchtig durchzumischen. Auf diese Weise ist man imstande, die größten Fehler mit Leichtigkeit auszuschalten. Man benutzt zu diesem Zwecke große Steingutgefäße, die gut glasiert und ca. 600 l Inhalt haben. Da die fertig filtrierte Masse bei sorgfältiger Aufbewahrung, d. h. Schützen vor Staub und Verhüten des Verdunstens des Eisessigs, unbegrenzt haltbar ist, so ist dieses Verfahren sehr praktisch. Diese Gefäße hängen am besten in einem Korb aus starken Eisenbändern und können leicht mit einer Winde gehoben und

gekippt werden. Man verfährt nun so, daß man aus einem vollständig gefüllten Topf Masse zum Spritzen abnimmt, während man einen zweiten Topf von gleicher Größe mit frisch filtrierter Masse wieder anfüllt.

Hat man Bedenken, sich derartig große Quantitäten spritzfertiger Masse auf Lager zu halten, so gibt man die einzeln filtrierten Massen zum Pressen und löst nur so viel Kollodiumwolle, als für den täglichen Gebrauch gerade ausreicht. Diese Massen sind aber nun vollständig getrennt voneinander zu verarbeiten und genau zu bezeichnen. Die erhaltenen Fäden sind ebenfalls gesondert zur Karbonisation zu geben, die Kohlen zum Präparieren.

4. Die Untersuchung der Masse.

Empfehlenswert ist es auch, von der fertigen Masse Konzentrations- und Aschenbestimmungen auszuführen, um zu erfahren, ob der Arbeiter sauber und genau gearbeitet hat.

Die Konzentrationsbestimmung führt man so aus, daß eine gewogene Menge Masse mit dem drei- bis vierfachen Gewicht reinen Azetons vermischt wird. Diese Lösung läßt man im dünnen Strahl unter beständigem Umrühren in eine 10 % ige wäßrige Ammonbikarbonatlösung einfließen. Nachdem alle Säure gebunden worden ist, wäscht man die gebildeten Salze durch mehrmaliges Kochen mit destilliertem Wasser aus, trocknet die erhaltene reine Nitrozellulose bei 40—45 ° C zur Gewichtskonstanz und wägt. Man erhält so das Verhältnis von trockener Nitrozellulose (Wolle) zur Lösung (Masse).

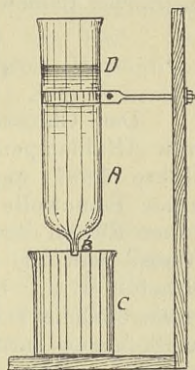


Fig. 12.

Zur Rückstandsbestimmung läßt man eine gewogene Menge Masse in destilliertem Wasser erhärten, wäscht so lange durch Kochen, bis keine Säure mehr nachzuweisen ist und hierauf mehrere Male mit Schwefelammonlösung. Das erhaltene Produkt wird ausgewaschen und im Porzellantiegel verascht.

Interessant ist es auch, die Viskosität der fertigen Masse festzustellen. Gleichartig hergestellte Massen haben dieselbe Viskosität oder Zähflüssigkeit. Die Bestimmung dieser Zähflüssigkeit ist nun ein gutes und ziemlich sicheres Mittel,

die gleichmäßige Zusammensetzung der einzelnen Massen sehr schnell nachzuweisen. Der Verfasser verwendete den in Figur 12 skizzierten Apparat. *A* ist ein zylindrisches Glasrohr von ca. 4 cm Durchmesser und 20 cm Länge, an welches eine Kapillare *B* von 4 mm Länge und 3 mm innerem Durchmesser angeschmolzen ist. *C* ist ein gewogenes Becherglas. Man füllt nun die fertige Masse in *A* ein bis zur Marke *D* und wägt dann das Becherglas mit der in einer bestimmten Zeit ausgeflossenen Masse. Selbstverständlich geben nur Massen aus gleicher Wolle und gleichem Lösungsmittel annähernd gleiche Werte, da Nitrozellulosen aus verschiedenen Grundmaterialien sehr verschiedene viskose Massen liefern. So ist z. B. eine Masse aus nitriertem indischen Ramiefliefs bedeutend zähflüssiger als eine gewichtsmäßig gleich hergestellte Masse aus nitrierter Baumwolle.

C. Das Chlorzinkverfahren.

Das Chlorzinkverfahren ist vermutlich zur Herstellung von Glühlampenfäden zuerst von Wynne und Powell im Jahre 1884 angewendet worden. Es besteht darin, daß reine Baumwolle in einer geeigneten Lösung von Chlorzink zu einer dicken sirupösen Masse gelöst und hierauf in ähnlicher Weise wie bei dem Nitrozelluloseverfahren zu Fäden verarbeitet wird. Es hat den ganz bedeutenden Vorteil, daß das unangenehme Denitrieren der Fäden mittelst Schwefelammon vollkommen fortfällt, den Nachteil aber, daß man zum Erhärten der Fäden den teuren Alkohol benutzen muß. Bei vergleichenden Kostenberechnungen stellte sich jedoch heraus, daß diese Methode immer noch um ein geringes billiger ist, als das Kollodiumverfahren, da man den benutzten Alkohol wieder gewinnbringend verwerten kann, während das verbrauchte Schwefelammon und der Eisessig wohl kaum irgend welchen Wert besitzen. Das Verfahren ist hauptsächlich in Österreich, England und Amerika in Anwendung.

1. Die Rohmaterialien und ihre Eigenschaften.

a) Baumwolle.

Die allgemein benutzte Baumwolle oder Watte soll rein weiß aussehen und nicht über 0,1—0,2% Asche enthalten. Sie darf nicht alkalisch reagieren und nur Spuren von Phos-

phorsäure, Eisen und Erden zeigen. Sie muß sehr gut entfettet zur Anwendung kommen. Ist es nicht möglich, eine derartige Wolle zu bekommen, so entfettet man sie sich selbst. Zu diesem Zwecke löst man etwa 4 kg Ätznatron in 25 Liter destilliertem Wasser und gibt nach dem Erkalten 100 Liter reines starkes Ammoniakwasser (20 %) hinzu. In diese Lösung bringt man nun die Baumwolle, läßt sie hierin 2 bis 3 Tage unter öfterem Umrühren liegen, preßt dann aus und wäscht so lange mit destilliertem Wasser, bis die Wolle absolut neutral reagiert. Nach geeignetem Trocknen wird sie zur Lockerung der Fasern gekratzt.

b) Chlorzinklauge.

Die zur Lösung der Wolle verwendbare Chlorzinklösung ist sirupartig und besitzt ein spez. Gewicht von 1,85. Sie muß selbstverständlich neutral und frei von allen Unreinlichkeiten sein und wird deshalb am besten vor dem Gebrauch filtriert.

2. Herstellung der Masse.

Die Spritzmasse bereitet man sich nun durch Auflösen der trockenen, gut zerzupften Baumwolle in dieser Chlorzinklauge. Man verfährt dabei so, daß man etwa 36—40 g Wolle mit ca. 250 cm der Lauge ganz durchfeuchtet und das Ganze dann auf einem Öl- oder Glyzerinbad bis zur vollständigen Lösung auf 120° C erhitzt. Um die hierbei auftretenden lästigen Bildungen von Klumpen, die immer ungelöste Wolle einschließen, möglichst zu vermeiden, muß man mit Glasstäben während der Lösung kräftig umrühren und etwa gebildete Klumpen zerdrücken. Noch warm wird die erhaltene dicke Masse in die Spritzgefäße gebracht und bei etwa 55—60° evakuiert, um die in der Masse verteilten und sehr fest haftenden Luftbläschen zu entfernen. Da das gute Evakuieren eine längere Zeit beansprucht, so bringt man die Spritzgefäße am besten in einen geeigneten Behälter, der mit Wasser angefüllt ist, welches durch eine Heizschlange auf einer konstanten Temperatur von ca. 70° C erhalten werden kann.

Nach einem ähnlichen Verfahren stellt man sich je nach der Feinheit der Düse drei verschiedene Spritzmassen her, und zwar:

200 g Watte	} werden gelöst in einem Liter Chlorzinklauge von 1,84 spez. Gewicht.
240 g Watte	
260 g Watte	

Die Lösprozedur wird vorgenommen in einer Porzellanschale. Zur Lösung erwärmt man auf einem Glyzerinbad auf 95—100° C unter konstantem Umrühren. Hierauf läßt man langsam erkalten, erhitzt die sirupöse Lösung auf 75° C, rührt kräftig um und läßt wieder erkalten. Dieses wiederholte Erwärmen, Umrühren usw. wird zwei- bis dreimal wiederholt, um eine absolut gleichmäßige Masse zu erhalten und um zu vermeiden, daß noch Spuren ungelöster Wolle, die zu Störungen während des Spritzens Veranlassung geben könnten, vorhanden sind. Nach dem letzten Erkalten wird die Masse durch Filtrieren durch feine Metallsiebe (z. B. Messing) von groben Unreinigkeiten befreit und nun zur vollständigen Entlüftung längere Zeit auf 75° C erwärmt.

D. Das Kupferoxydammoniakverfahren.

Wie schon erwähnt, rührt die erste Anwendung dieses Verfahrens zur Herstellung von Glühfäden von Crookes her. Guilbert S. Ram¹⁾ hat versucht, nach diesen Angaben brauchbare Fäden herzustellen, doch vergeblich. Auch bei Anwendung der größten Sorgfalt gelang ihm dies nicht, da die Fäden beim Trocknen zu stark schwanden und deshalb ohne Ausnahme von den verwendeten Aufwickelvorrichtungen abplatzten. Das Verfahren beruht auf der Eigenschaft reiner Baumwolle, sich in Kupferoxydammoniaklösung (Schweizers Reagens) zu lösen und mit verdünnten Säuren zu koagulieren.

Schweizers Reagens stellt man sich folgendermaßen her: 100 g Kupfervitriol werden in einem Liter destilliertem Wasser gelöst. Zu dieser Lösung gibt man eine Lösung von 50 g Ätzalkali in einem halben Liter Wasser. Der entstandene Niederschlag von Kupferhydroxyd $[\text{Cu}(\text{OH})_2]$ wird gesammelt, mit Wasser gewaschen, leicht getrocknet und dann mit einer 30%igen Ammoniaklösung geschüttelt. In diesem so erhaltenen Reagens löst sich entfettete Baumwolle in ca. einer halben Stunde vollständig auf. Ferner koaguliert es Albumin, Gelatine, Leinenpapier usw., während Kolloxylin, Kollodiumwolle und Tierwolle nicht gelöst werden.

¹⁾ The incandescent Lamp and its manufacture.

Diese Eigenschaft des Kupferoxydammoniaks hat Dr. H. Pauly¹⁾ benutzt, um künstliche Seide herzustellen. Er verfährt folgendermaßen, um zur geeigneten Kupferoxydammoniaklösung zu gelangen:

Metallisches Kupfer wird in Ammoniakwasser unter Zusatz eines elektronegativeren Metalles gebracht; hierauf läßt man Luft oder auch Sauerstoff in geeigneter Weise energisch auf die Lösung wirken und reguliert die Verhältnisse so, daß in der erhaltenen Lösung mindestens 15 g Kupfer auf 150 g Ammoniakgas im Liter enthalten sind. Zu einem Liter dieser Flüssigkeit setzt man 45 g entfettete Baumwolle. Die vollständige Lösung dauert ca. 8 Tage. Da aber die Löslichkeit der Wolle mit steigender Temperatur bedeutend abnimmt, so hat man für gute Kühlung Sorge zu tragen. Bei sorgfältigem Arbeiten wird die Lösung vollkommen homogen und wird nun sauber filtriert. Als Filtriermittel benutzt man Schiefsbaumwolle, Glaswolle oder reinen, feinen Sand. Das Pressen der Fäden geschieht nun derart, daß man dieselben in verdünnte organische oder anorganische Säuren, wie z. B. Weinsäure, Zitronensäure, Salzsäure und Schwefelsäure, eintreten läßt, wobei sie sofort koaguliert werden, und wobei gleichzeitig eine Lösung des Kupferoxydes und des Ammoniaks bewirkt wird. Die entstandenen Fäden werden in diesen Bädern auf Trommeln aufgehaspelt und dort so lange in Rotation erhalten, bis sie vollkommen durch die chemische Einwirkung der Säure und durch Osmose gereinigt sind.

Ein sehr ähnliches Verfahren stammt von Louis Henri Despaissis²⁾.

Weiter benutzt auch das Konsortium Mulhousien pour la fabrication des fils brillants³⁾ das Kupferoxydammoniak, um künstliche Seidenfäden zu erzeugen. Hiernach wird reine Zellulose oder Hydrozellulose bei sehr niedriger Temperatur mit einer 10%igen Natronlauge durchtränkt, und zwar genügt eine Zeitdauer von einer Stunde. So werden z. B. 100 g Zellulose mit 50 g in Lösung befindlichem Ätznatron behandelt. Zu dieser Masse bringt man nun eine Lösung des Chlorids oder Sulfates von Kupfer, und zwar eine dem Ätznatron entsprechende Menge. Es entsteht hierbei ein Niederschlag von

¹⁾ D.R.P. 98642 vom 1. Dezember 1897.

²⁾ Franz. Patent 203 741 vom 1. Mai 1890.

³⁾ Franz. Patent 290 405 vom 29. Juni 1899.

Kupferhydroxyd, der äußerst fein und gleichmäÙig in der hydratisierten Baumwolle verteilt ist. Die hierbei auftretende Reaktionswärme wird durch kräftiges und anhaltendes Kühlen gemildert. Bringt man nun die nötige Menge starken Ammoniaks auf diese Masse, so erhält man leicht eine gelatinöse Lösung, die vorzüglich geeignet sein soll, feste Fäden zu liefern.

Man hat nun selbstverständlich versucht, diesem Verfahren ähnliche zur Herstellung runder, brauchbarer Glühfäden zu verwenden. Bei Einhaltung gewisser VorsichtsmaÙregeln können sehr wohl gute und sehr elastische Fäden und Kohlen aller gewünschten Dimensionen erhalten werden. Vor allem soll acht zu geben sein auf sehr starke Abkühlung bei der Lösung der Wolle, um eine möglichst zähe Masse zu erzielen, und weiter soll die Konzentration und Art der Säure, in welcher die geprefsten Fäden koaguliert werden, eine groÙe Rolle spielen; ebenso sollen gewisse Zusätze die Bildung fester Fäden sehr begünstigen.

So könnte man vielleicht das Verfahren der Vereinigten Glanzstoffabriken A. G. Elberfeld¹⁾ nutzbringend anwenden. Diese erzeugen feste, durchsichtige Fäden aus Kupferoxydammoniakzellulose (für künstliche Seide) in der Weise, daÙ die gewaschenen Fäden auf einer Walze aufgehaspelt werden, die in konzentrierter Natronlauge rotiert. Bei der sofortigen Nachbehandlung der Fäden mit Natronlauge entsteht ein plastischer Faden von Natronzellulose, bei dessen Zersetzung mit verdünnter Säure nur sehr wenig Wasser aufgenommen wird, so daÙ beim Trocknen des Fadens keine nachteilige Veränderung in bezug auf Festigkeit und Elastizität eintritt.

Will man eine Lösung von Zellulose in Kupferoxydammoniak für Glühfäden verwenden, so kommt es darauf an, möglichst konzentrierte Lösungen zu erhalten, um den geprefsten Fäden möglichst groÙe Festigkeit zu verleihen. Um nun die auftretende schädliche Reaktionswärme bei Bildung der Kupferoxydammoniakzellulose auf den geringsten Grad zu reduzieren und damit die Löslichkeit des Produktes in Ammoniak stark zu erhöhen, verfährt J. P. B e m b e r g, Aktiengesellschaft, Barmen-Rittershausen²⁾, etwa folgendermaÙen: Gut entfettete Baumwolle wird im Holländer gemahlen und dann mit trockenem

¹⁾ D.R.P. 169 567 vom 17. Januar 1905.

- ²⁾ D.R.P. 174 508 vom 23. Februar 1905.

oder feuchtem Kupferhydroxyd $[\text{Cu}(\text{OH})_2]$ innig vermischt. Diese Mischmasse wird auf Eisendrahtnetzen in einem abgeschlossenen Raum, z. B. einem Holzkasten, ausgebreitet, in welchem am Boden eine 8 %ige Ammoniaklösung verdampft. Bei Zimmertemperatur verfärbt sich bald die braune Masse nach grün bis zu blau, wobei eine nur schwache Erwärmung eintritt. Nach etwa fünf Stunden ist die Oxydation beendet und man erhält ein Produkt, welches sich sehr leicht und in reichlichem Mafse in Ammoniak löst. Eine derartige dickflüssige und zähe Masse ist auch recht gut geeignet zur Herstellung dicker Glühfäden.

E. Einige andere Verfahren.

Einige andere Verfahren sollen noch kurz erwähnt werden, die aus Verfahren zur Herstellung künstlicher Seide und Haare hervorgegangen sind. So fabriziert z. B. die Glühlampenfabrik von C. H. Stearn¹⁾ in London West, Richmond, nach persönlichen Mitteilungen ihres Betriebsleiters gute Kohlen in analoger Weise wie künstliche Seide aus Viskose. Die Methode der Herstellung, die nur wenig modifiziert worden ist, ist ungefähr folgende:

Sulfitzellulose in Blattform wird bei 25° C mit einer 10 %igen Natriumhydroxydlösung erwärmt und hierauf mittelst der genügenden Menge Schwefelkohlenstoff zum Viskoid oder Viskose gelöst. Hierzu kann man sich vorteilhafterweise eines Rührwerkes bedienen. Nach dem Filtrieren ist die erhaltene Lösung fertig zum Pressen. Sie wird nun nach sorgfältigem Entlüften in ein Chlorammonbad von 1,05—1,06 spez. Gewicht gespritzt, wobei die sich bildenden Fäden eine außerordentlich große Festigkeit annehmen. Wahrscheinlich beruht dies auf Bildung eines Zellulose-Esters der Zellulosexanthogensäure. Die Fäden bleiben nun etwa 12 Stunden lang in kaltem, frischen Chlorammoniumbad und werden hierauf eine Viertelstunde lang mit gleicher Lösung gekocht. Das Chlorammonium wird endlich durch Kochen mit destilliertem Wasser vollständig entfernt.

Schließlich wäre noch die Herstellung künstlicher Fäden und Haare nach Fr. Todtenhaupt²⁾, Dessau, auch für

¹⁾ D.R.P. 108 511 vom 18. Oktober 1898.

²⁾ D.R.P. 170 051 vom 3. August 1904.

Glühfädenzwecke geeignet. Kasein wird in einer alkalischen Flüssigkeit gelöst und durch Düsen in ein Säurebad gespritzt. So werden z. B. 100 g reines Kasein fein zerrieben, allmählich 320 g Wasser und 20 g 10 %iges Ammoniak eingerührt und die erhaltene Paste bei 100° C so lange erhitzt, bis eine klare Lösung resultiert. Nach dem Erkalten und Entlüften wird die Masse in ein Koagulierbad gepresst, welches aus 100 g Salzsäure (roh), 100 g Formaldehydlösung und 600 g Alkohol (96 %) besteht. Gewaschen wird hierauf mit Alkohol; die erhaltenen Fäden sollen sehr fest sein.

IV. Das Spritzen oder Pressen der Fäden.

A. Vorbemerkungen.

Die wichtigste Arbeit neben der Herstellung guter Masse ist die Erzielung absolut gleicher Fäden. Die Erzielung gleicher Fäden hängt nicht nur davon ab, daß die verwendete Pressmasse eine immer gleiche Zusammensetzung besitzt, sondern vor allen Dingen auch von der Einhaltung des gleichen angewendeten Druckes und von der Verwendung genauer Spritzlöcher oder Düsen. Es ist eine bekannte Tatsache, daß weiche Metalle, wie z. B. Blei oder Zinn, oder irgend welche plastischen Massen, die mit hohem Druck durch enge Löcher gepreßt werden, Fäden oder Drähte ergeben, die einen größeren Durchmesser als das Spritzloch besitzen. In Fig. 13 sei dieser Vorgang in übertrieben starker Vergrößerung veranschaulicht. Diese Beobachtung macht man nun auch bei dem Pressen der Glühfäden. Welche Unterschiede im Durchmesser bei Anwendung derselben Düse, aber verschiedenen Druckes erhalten werden können, zeigt ein einfacher Versuch des Verfassers. Man verwendete dazu Eisessigkollodium 1:6 und spritzte mit der Düse 0,50 mm. Die Ergebnisse sind in folgender Tabelle dargestellt:



Fig. 13.

	Druck in Atmosphären	Faden pro Minute	Durchmesser der getrockneten Fäden
I.	0,75	5,6 m	0,166 mm
II.	0,90	20 "	0,168 "
III.	1,10	34 "	0,171 "
IV.	1,50	56 "	0,174 "
V.	1,75	75 "	0,178 "

Rechnet man nun die gefundenen Durchmesser der trockenen Fäden um in die Durchmesser der daraus entstehenden Kohlen, so findet man, daß sich Unterschiede ergeben, die sich schon unangenehm bemerkbar machen können, namentlich bei Hochvoltkohlen. Z. B. sind die Durchmesser der unter I und V genannten Fäden nach der Karbonisation 0,105 mm und 0,113 mm.

Ein weiteres wichtiges Moment ist die Fallhöhe der Fäden beim Pressen, d. h. der Abstand zwischen Düsenöffnung und Boden des Sammelgefäßes. Beim Eintritt des flüssigen Fadens in Wasser erhärtet derselbe, indem er dabei die Form der Ausflußöffnung annimmt. Das Erstarren geht aber nicht so rasch vonstatten, als es wünschenswert wäre. Zuerst wird die Oberfläche des Fadens hart, während der innere Kern noch flüssig ist. Es geht hieraus hervor, daß dünne Fäden demnach sehr schnell, dicke dagegen viel langsamer fest werden. Der Vorgang ist nun folgender: Beim Eintritt des flüssigen Fadens ins Wasser wird sofort eine dünne feste Haut entstehen, die sich langsam beim weiteren Herabfallen und Verbleiben im Wasser nach dem Zentrum des Fadens verstärkt. Der Faden wird also infolge der an ihm hängenden Last dicht unter der Ausflußöffnung der Düse (also an der weichsten Stelle) gedehnt, und zwar war es dem Verfasser möglich, immerhin meßbare Unterschiede festzustellen. Die größten Unterschiede ergaben sehr starke Fäden; allerdings waren dieselben noch nicht so bedeutend, wie bei Anwendung sehr verschiedener Drucke. Man hat also bei der Wahl der Fallhöhe sein Augenmerk darauf zu richten, daß der Faden nicht merklich gedehnt wird, wiederum aber so lange in der hängenden Lage verbleibt, daß er möglichst vollständig erstarrt auf dem Boden ankommt, damit die Last der sich darüber legenden Fäden ihn nicht flach zu drücken vermöge.

Bei den Düsen ist noch zu bemerken, daß die verschiedene Länge der Kapillaren einen entsprechend verschieden hohen Druck infolge der geringeren oder größeren Reibung der zähflüssigen Spritzmasse bedingt. Will man also bei demselben Druck bei einem bestimmten Düsendurchmesser immer die gleiche Spritzgeschwindigkeit erreichen, so muß man selbstverständlich dafür Sorge tragen, daß die Kapillaren auch genau gleich lang sind.

Die Temperatur des Wassers spielt bei der Herstellung von Karbonatfäden keine Rolle. Man hat geglaubt, daß die

Fäden rascher erstarren, je kälter das Wasser ist; diese Meinung ist aber unrichtig, da die Erstarrungsfähigkeit nur eine Funktion der Zeit und des Fadendurchmessers ist. Anders freilich liegen die Verhältnisse bei Verwendung von Gelatine als Zusatzmaterial. Bekanntlich bewirkt ein bestimmter Zusatz von Gelatine zum Eisessigkollodium in analoger Weise, wie ein Gehalt an Alkalikarbonat, daß die hergestellten Fäden schneller erhärten, deshalb rund bleiben und sich nicht flach legen. Da nun die Gelatine in heißem Wasser löslich, in kaltem dagegen nur schwer löslich ist, so wäre ein Spritzen in warmes Wasser fehlerhaft, da in diesem Falle ein großer Teil der Gelatine herausgelöst und die beabsichtigte Wirkung nicht erzielt würde. Um das Lösen der Gelatine möglichst zu verhindern, ist man hier geradezu gezwungen, eiskaltes Wasser als Koagulierbad anzuwenden. Am zweckmäßigsten verfährt man dabei so, daß man das zu verwendende Wasser zur Abkühlung in geeigneter Weise über Eis, welches in kleine Stückchen zerschlagen worden ist, leitet.

Ein letzter wichtiger Punkt, dem man früher nur wenig Beachtung schenkte, ist die möglichst schnelle und sorgfältige Entfernung der bei der Herstellung der Spritzmasse verwendeten Lösungsmittel, also des Eisessigs, der Chlorzinklauge und der Kupferoxydammoniaklösung. Betrachtet man z. B. die Vorgänge beim Spritzen von Eisessigkollodiumfäden. Beim Eintritt des Fadens ins Wasser haben der Eisessig und das durch den Zusatz von Karbonat gebildete Alkaliazetat das Bestreben, an allen Punkten der Oberfläche des Fadens nach außen zu dringen. Die Folge davon ist, daß erstens einmal der hierdurch erzeugte osmotische Druck auf die inzwischen erhärtete Haut des Fadens ausgeübt und so die Erhaltung des runden Querschnittes veranlaßt wird, und zweitens, daß die austretende konzentrierte Essigsäure das Koagulierwasser stark sauer macht. Bei genauer Beobachtung sieht man die starke Säure längs des Fadens schlierenartig zu Boden sinken (Fig. 14); bei ruhigem Stehen vermischt sie sich nur langsam mit dem Wasser, und man findet je nach der Menge der ausgepressten Masse in kürzerer oder längerer Zeit am Boden

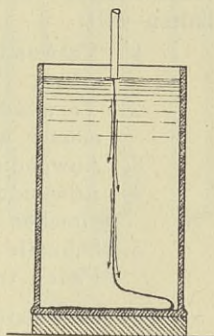


Fig. 14.

des Sammelgefäßes eine ziemlich konzentrierte Säure vor. Es ist nun ohne weiteres klar, daß die Fäden in solchem sauren Wasser nicht genügend schnell erstarren können, sondern im Gegenteil naturgemäß sehr lange weich bleiben, so daß die Last der sich oben aufliegenden Fäden die unten befindlichen zu zerdrücken vermag. Man hat also in geeigneter Weise dafür Sorge zu tragen, daß die Essigsäure möglichst schnell entfernt wird. Bei Beschreibung der eigentlichen Spritzarbeit sind die verschiedenen Verfahren angegeben, wie man am besten zum Ziel gelangt. (S. 66.)

Um noch einmal kurz zusammenzufassen, hat man also beim Spritzen der Fäden folgende Punkte unbedingt zu berücksichtigen, sofern man ein immer gleiches Produkt erhalten will:

1. Verwendung absolut gleich zusammengesetzter Spritzmasse,
2. Verwendung genau runder Düsen mit gleichem Durchmesser und Kapillarlänge,
3. Anwendung absolut gleichen Druckes,
4. Anwendung einer praktisch günstigen, möglichst gleichen Fallhöhe,
5. Schnelle und sorgfältige Entfernung der aus den Fäden tretenden Lösungsmittel (Eisessig usw.).

Bei Verwendung von Gelatine als Zusatz zum Eisessigkollodium kommt außerdem noch hinzu:

6. Verwendung eiskalten Wassers als Koagulierbad.

Die Herstellung gleichmäßiger Spritzmasse ist schon früher beschrieben worden.

B. Die Herstellung der Düsen.

Eine ganz besondere Sorgfalt hat man auf die Herstellung eines guten Düsenmaterials zu verwenden. Die Düsen werden aus Glas gefertigt und bestehen aus dem Düsenrohr *A* und der Düsenkapillare (Fig. 15 *D*). Man kann nun auf verschiedenen Wegen zu brauchbaren Düsen gelangen. Der erste Weg ist folgender: Ein genügend weites Glasrohr (Fig. 15 *A*) wird an einem Ende im Gebläse so heiß gemacht, daß es so weit zuschmilzt, bis es noch einen Kanal frei läßt (Fig. 15 *B*). Mit diesem entstandenen Körper wird nun sauber die gewünschte Kapillare verschmolzen (Fig. 15 *C*), die man nach dem Er-

kalten abschneidet und bis auf 2 mm genau abschleift derart, daß keine Sprünge oder Risse in der Kapillare entstehen (Fig. 15 D). Die verwendeten Kapillaren müssen vor dem Anschmelzen genau gemessen werden. Man kann hierbei in ähnlicher Weise verfahren, wie bei dem Ausmessen der Kapillaren für Thermometer, indem man zuerst einen bestimmt langen Quecksilberfaden in derselben weiterschiebt und die Längen dieses Quecksilberfadens bei jeder neuen Stellung genau mißt. Bleibt nun die Länge immer genau dieselbe, so war der Querschnitt der Kapillare in der ganzen Länge genau gleich und die Kapillare kann zur Anfertigung einer Reihe von Düsen mit gleichem Durchmesser verwendet werden. Zur genauen Bestimmung des Querschnittes und Durchmessers wägt man nun den Quecksilberfaden. Es ergab sich z. B.:

l = Länge d. Quecksilberfad. = 10 mm.
 p = Gewicht d. Quecksilbers = 0,51 g.

Das spezifische Gewicht des flüssigen Quecksilbers ist 13,6. 1000 cbmm wiegen also 13,6 g. 0,51 Gramm entsprechen demnach 37,5 cbmm.

Der Inhalt des Hg-Fadens ist

$$\frac{D^2 \cdot \pi \cdot l}{4} = 37,5,$$

$$D = \sqrt{\frac{37,5 \cdot 4}{3,14 \cdot 10}} = 2,18 \text{ mm.}$$

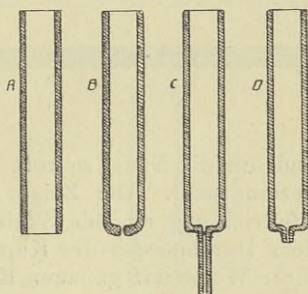


Fig. 15.

Dieses Kalibrieren ist selbstverständlich sehr genau, erfordert aber sehr viel Zeit. Zur Erleichterung dieser Arbeit hat der Verfasser einen einfachen Apparat konstruiert, der ein sehr schnelles Messen gestattet und bei sorgfältiger Herstellung sehr brauchbare Resultate liefert (Fig. 16). In der schematischen Darstellung des Apparates ist A eine feine, genau konische Nadel, die mittelst des beweglichen Gelenkes B mit dem Zeiger C verbunden ist. Der Zeiger C ist um den festen Punkt D drehbar. I ist die zu messende Kapillare, welche fest an dem Anschlag H anliegt und in der Lage durch die verschiebbare Schraubenvorrichtung K erhalten wird. Zur genauen Führung der Meßnadel bewegt sich der Schenkel der-

selben in der Führung *L*. Durch die schwache Feder *E* und den Anschlagstift *F* wird der Zeiger *C* in der Nullstellung erhalten. In dieser Nullstellung liegen nun die Spitze der Meßnadel und die Öffnung der Düse in einer Ebene, wie es in Fig. 17 veranschaulicht wird. Die Einteilung der Skala stellt man sich her, indem man genau nach der Quecksilbermethode bestimmte Kapillaren an den Anschlag *H* so anlegt, daß die Kapillare und die Meßnadel in einer Geraden liegen

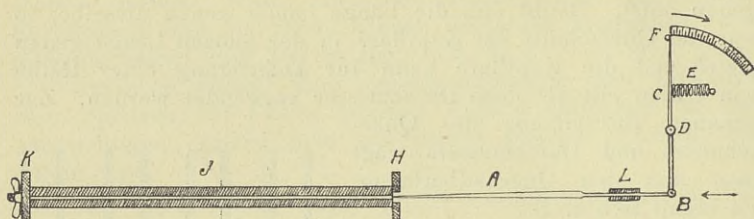


Fig. 16.

und nun die Nadel so weit, wie es möglich ist, in die Kapillare hereindrückt. Der Zeiger verursacht nun in der angegebenen Pfeilrichtung an der Skala einen bestimmten Ausschlag, der dem Durchmesser der Kapillare entspricht. Man verfährt auf diese Weise mit genauen Kapillaren von 0,1, 0,2, 0,3 mm usw. Durchmesser und vervollständigt so die Skala. Die Stellung während des Messens ist in Fig. 18 skizziert. Hat man sich diese Skala hergestellt, so ist man in der Lage, jede beliebige

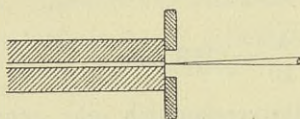


Fig. 17.

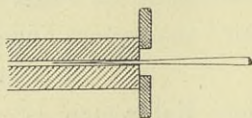


Fig. 18.

Kapillare genau zu kalibrieren, wenn man nur dafür Sorge trägt, daß Nadelspitze und Kapillaröffnung bei der Nullstellung in einer Ebene liegen, daß ferner die Spitze genau in der Mitte der Kapillaröffnung sich befindet und endlich Kapillare und Nadel dieselbe Richtung erhalten.

Ein sehr einfaches und ebenso genaues Verfahren zur Herstellung von Düsen ist folgendes:

In eine Glasröhre (Fig. 19 *A*) wird ein mit dem Mikrometer genau gemessener Platindraht so eingeschmolzen, wie es

in Fig. 19 *B* angedeutet ist. Da Platin und Glas fast genau dieselben Ausdehnungskoeffizienten besitzen, so legt sich das flüssige Glas so dicht an den Draht an, daß nach dem Erkalten keinerlei Bläschen oder Zwischenräume entstehen. Man sprengt nun bei *a* vorsichtig ab, schneidet dort den Platindraht durch (Fig. 19 *C*) und löst den in der Düse eingeschlossenen Draht durch Kochen mit Königswasser heraus. Die so entstandene Düse (Fig. 19 *D*) hat nun einen Kapillardurchmesser, der genau dem des Platindrahtes entspricht. Empfehlenswert ist es, den inneren Durchmesser der Düse zu 10 mm und die Länge der Kapillaren zu 2 mm zu wählen. Größere Kapillarlängen anzuwenden ist nicht empfehlenswert, da der zum Pressen der Fäden nötige Druck dann ein zu großer werden würde.

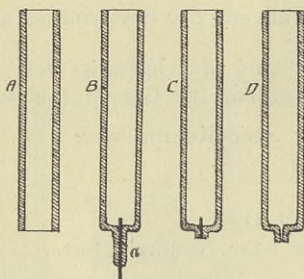


Fig. 19.

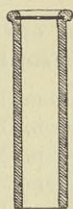


Fig. 20.

Die Verwendung von Düsen (Fig. 20), die durch Einschmelzen von durchlochem Platinblech in ein Glasrohr hergestellt worden sind und wie sie anfänglich von Siemens & Halske verwendet wurden, sind untauglich, da das Platin zu weich ist und da durch das Reinigen der Löcher bei Verstopfungen dieselben zu leicht verändert werden. Hierbei sei gleich bemerkt, daß man zum Ausbohren der Kapillaren bei Verstopfungen niemals Metalldrähte verwenden sollte, sondern geschnittene Stäbchen aus hartem Holz.

Im allgemeinen braucht man zur Herstellung von Kohlenfäden für Glühlampen Düsen von 0,20—2,5 mm und kommt dabei gut aus, wenn man die einzelnen Sorten um 0,05 mm variiert, so daß man also hat 0,20, 0,25, 0,30 usw. Zweckmäßig verfertigt man sich von jeder Sorte eine größere Anzahl, ätzt mit Flußsäuretinte den Durchmesser auf und verwahrt sie geordnet.

C. Die Pressapparate.

Im folgenden sollen die verschiedenen Apparate, die zum Spritzen oder Pressen der Fäden verwendet werden, beschrieben werden. Da man nun zur Erzielung von Fäden, die auf der ganzen Länge absolut gleichmäÙig sind, auf gleichen konstanten Druck angewiesen ist, so muß man selbstverständlich Anordnungen treffen, die ein präzises Halten und Regeln desselben mit Leichtigkeit gestatten.

Man unterscheidet zwei Hauptarten von Spritzapparaten:

1. solche, die mittelst künstlich erzeugten Druckes (z. B. hydraulischer, Quecksilber- oder Maschinendruck) in Betrieb gesetzt werden, und
2. solche, die den Eigendruck der Spritzmasse ausnützen.

Beide erwähnten Arten sind durchgängig von sehr einfacher Konstruktion und bestehen im besonderen wieder aus

- a) dem Druckerzeuger oder Kompressor,
- b) dem Druckregulator,
- c) dem Manometer,
- d) dem Spritzgefäß mit Düse,
- e) dem Fädenauffange oder Sammelgefäß.

Einen hydraulischen Pressapparat, wie er noch bis vor kurzem bei der Firma Siemens & Halske, Berlin, im Gebrauch war, zeigt die Fig. 21.

A ist ein gut dicht gearbeiteter, gußeiserner Zylinder, in den die Hähne *B* und *C* eingelassen sind. Den Druckregulator bilden hier diese beiden Hähne. Durch *B* tritt das Druckwasser ein und komprimiert die Luft im Zylinder *A*, durch Hahn *C* kann ein zu hoher erzeugter Druck durch Ablassen von Wasser auf die gewünschte Stärke herabgemindert werden. Der Druck in *A* wird durch das angebrachte Manometer *D* angezeigt. Die komprimierte Luft wirkt nun durch das Metallrohr *E* auf die in dem Spritzzylinder *H* befindliche Pressmasse und treibt diese durch den Glasbügel *G* mit der angeschmolzenen Düse *L* in den mit Wasser angefüllten und mit Bleiblech ausgeschlagenen Kasten *J*; die gebildeten Fäden werden in dem Porzellsieb *K* aufgefangen. Um zu vermeiden, daß die im Zylinder *A* befindlichen Wasserdämpfe nach dem Spritzgefäß *H* übertreten und dort die Bildung

einer harten Haut auf der Oberfläche der Masse veranlassen, ist ein Gefäß *F*, welches mit Chlorkalcium oder besser mit Phosphorsäureanhydrid gefüllt ist, zwischen dem Kompressor *A* und dem Spritzzylinder *H* eingeschaltet. Diese Apparate, von denen je sechs Stück nebeneinander angeordnet waren, waren sehr leicht und einfach zu bedienen, trotzdem zeigten sich aber ziemlich empfindliche Übelstände. Die Kompressoren *A* wurden durch das Wasser sehr leicht zum Rosten und damit auch zum Undichtwerden gebracht. Die Reparaturen hörten nie auf. Die Trockengefäße *F* mußten sehr oft neu gefüllt

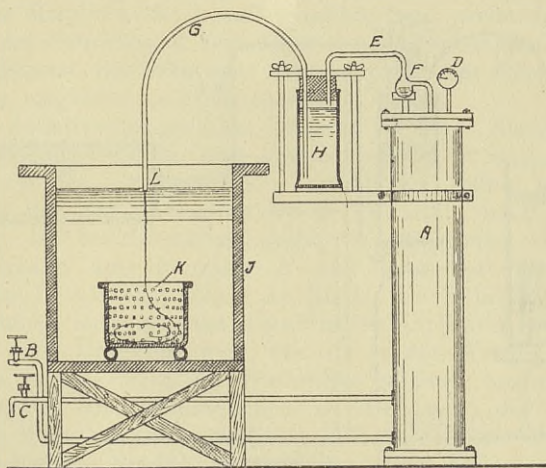


Fig. 21.

werden und bedingten hierdurch einen ziemlich großen Aufwand an Zeit. Das ungeschickteste bei der ganzen Anlage war aber, daß die Sammelsiebe *K* in einem gemeinschaftlichen Wasserkasten *J* standen. War ein Sieb mit Fäden gefüllt, so wurde beim Herausnehmen desselben und beim Einsetzen eines neuen Siebes das Wasser derart in Bewegung gesetzt, daß hierdurch die gute Ringbildung in den anderen Sieben gestört wurde, die Fäden sich schlecht legten und das spätere Aufwickeln derselben zum Trocknen fast zur Unmöglichkeit wurde, zumal bei sehr feinen Fäden.

Diese Übelstände fielen bei einer anderen Anordnung, wie sie von der Allgemeinen Elektrizitätsgesellschaft, Berlin,

verwendet wurde, vollkommen weg. Diese Gesellschaft benutzte zur Erzeugung des Druckes zwei gußeiserne Behälter, die mit Druckschläuchen einmal untereinander verbunden waren und dann durch eine entsprechende Leitung mit dem Spritzgefäß. Die beiden Behälter waren an einem Mast befestigt und konnten mittels einer Windenvorrichtung beliebig gehoben und gesenkt werden. Einer dieser Behälter war mit Quecksilber gefüllt und wurde nun nach oben gehoben. Das Quecksilber strömte nun nach dem zweiten, unten befindlichen Behälter, presste dort die Luft zusammen, welche wiederum nach

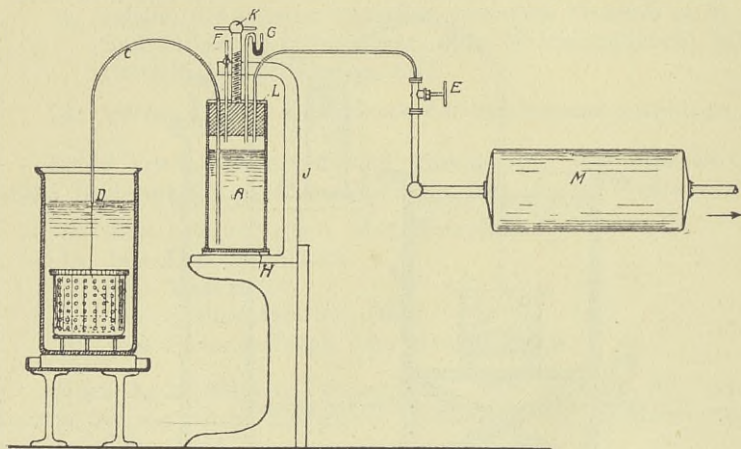


Fig. 22.

dem Spritzgefäß geleitet wurde und nun die Bildung von Fäden veranlasste. Die Regulierung des Druckes geschah durch Heben und Senken des mit Quecksilber angefüllten Gefäßes. War sämtliches Quecksilber nach dem unteren Gefäß gelangt, so wurde dieses Gefäß gehoben, während gleichzeitig das leere gesenkt wurde. Das Quecksilber strömte nun wieder nach dem leer gewordenen Behälter und erzeugte von neuem Druck. Diese Apparate arbeiteten ganz gut, waren aber sehr schwerfällig und sind aus diesem Grunde nicht mehr in Gebrauch.

Ungleich besser und praktischer ist die Verwendung von Maschinendruck. Eine diesbezügliche Anlage veranschaulicht die Fig. 22.

A ist das mit Spritzmasse angefüllte Gefäß, welches mit einem Gummistopfen, der vier Durchbohrungen hat, dicht verschlossen werden kann. Durch die erste Durchbohrung reicht das gebogene Glasrohr *C* mit der Düse *D* bis dicht auf den Boden des Gefäßes *A*; durch die zweite tritt der Druck durch den Hahn *E* nach dem Spritzgefäß über; die dritte enthält ein Glasröhrchen *F* mit eingeschliffenem Hahn, und in der vierten befindet sich ein Quecksilbermanometer *G*. Das Spritzgefäß *A* steht auf einer Gummischeibe *H* in dem eisernen Gestell *J*, welches die Schraube *K* trägt. Zur absoluten Abdichtung des Stopfens legt man eine entsprechend ausgeschnittene Metallscheibe *L* auf denselben und preßt diese vermittelst der Schraube *K* fest gegen den Gummistopfen. *M* ist ein Windkessel, der eventuelle Schwankungen der Komprimiermaschine möglichst ausgleichen soll.

Die Arbeitsweise gestaltet sich sehr einfach. Nachdem die Komprimiermaschine in Gang gesetzt worden ist und die gute Abdichtung des Spritzgefäßes *A* erfolgt ist, öffnet man den Hahn *E*, der dem erzeugten Druck gestattet, nach *A* einzutreten. Ist der Druck zu groß, so öffnet man ein wenig den Glashahn am Röhrchen *F* und läßt dort den überschüssigen Druck austreten. An Stelle des Röhrchens *F* mit Hahn können auch passend abgestimmte Kapillaren verwendet werden. Die Druckluft wird, ehe sie in den Windkessel eintritt, am besten durch ein Wattefilter geleitet, um etwa mitgerissenes Öl oder Staubeilchen zu entfernen, die geeignet sind, die Masse zu verunreinigen und die Düsen zu verstopfen. Für eine tägliche Produktion von 40—50 000 Fäden stellt man sich nun eine Reihe derartiger Spritzapparate auf und betreibt sie gemeinschaftlich durch eine kleine Komprimiermaschine, die einen konstanten Druck von ca. zwei Atmosphären zu liefern imstande ist.

Der nötige Druck richtet sich nach der gewünschten Spritzgeschwindigkeit, dem Düsendurchmesser und der Viskosität der Masse und wird durch Vorversuche festgelegt. Im allgemeinen verwendet man für eine Konzentration der Masse von 1:6 ungefähr folgende Drucke:

für Düsen von	0,20—0,45 mm	ca. 1,6—1,4	Atmosphären
„ „ „	0,50—0,75 mm	ca. 1,2—1,0	„
„ „ „	0,80—1,00 mm	ca. 0,8—0,7	„
„ „ „	1,10—2,50 mm	ca. 0,6—0,4	„

Als Spritzgefäße benutzt man entweder die in den Fig. 21 und 22 angedeuteten Standzylinder oder Standflaschen aus Glas oder auch kugelförmige Gefäße (Fig. 23), die in einem konisch ausgeschnittenen Brett lagern. Der Verfasser verwendete mit Vorliebe diese Spritzkugeln, da bei Gebrauch derselben die leicht zerbrechlichen und schwer zu reinigenden Düsenbügel fortfallen. Die Düsenrohre sind mittelst dickwandigen Gummischlauches direkt mit den Kugeln verbunden.

Alle diese Gefäße haben ein bestimmtes erfahrungsgemäßes praktisches Fassungsvermögen, um eine Kontrolle des Masseverbrauches zu erhalten. Den Inhalt der Gefäße wählt man am besten möglichst groß, vielleicht zu 2—3 kg Masse, um

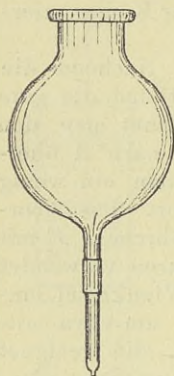


Fig. 23.

das zu häufige lästige Füllen zu umgehen. Je nach der Anzahl der im Betrieb befindlichen Apparate und der Tagesproduktion hat man nun eine größere Zahl dieser Gefäße zu beschaffen. Da es unbedingt nötig ist, die Spritzmasse in vollkommen entlüftetem Zustand zum Pressen zu bringen, so muß man ihr nach dem Einfüllen genügend Zeit lassen, diesen Zustand zu erreichen. Dieses Entlüften geht bei Verwendung von Eisessigkollodiummasse ziemlich rasch und vollständig von statten. Auch die kleinsten und deshalb gefährlichsten, fast unsichtbaren Bläschen steigen nach Verlauf von einigen Stunden an die Oberfläche der Masse. Man kann diesen Prozeß schließlich noch mehr beschleunigen, wenn man die gefüllten Gefäße in einem Schrank unterbringt,

der vielleicht mit Dampfheizung auf ca. 40—50 ° C erwärmt wird, und dort kurze Zeit (eine halbe Stunde) stehen läßt.

Schwieriger gestaltet sich das Entlüften bei Verwendung von Chlorzinkzellulosemasse. Diese besitzt eine sehr zähe Konsistenz und hält die in derselben verteilten Luftbläschen, zumal die kleinsten, ungemein fest. Um diese sorgfältig zu entfernen, ist man gezwungen, die Spritzgefäße mit der Masse längere Zeit unter Vakuum zu setzen und dann erst zum Spritzen zu geben.

Von den bisher beschriebenen Spritzapparaten ist der, welcher mittelst Maschinendruck betrieben wird, entschieden denen, die den hydraulischen oder Quecksilberdruck verwenden, vorzuziehen. Doch zeitigt auch dieses Verfahren noch mancherlei

Mängel. Etwa eintretende Defekte an der Komprimiermaschine oder an der Druckleitung zwischen Maschine und Windkessel einerseits und Windkessel und Spritzkessel andererseits müssen repariert werden. Da nun alle Spritzapparate von der einen Maschine mit Druck versorgt werden, so muß der Betrieb bis zur Beendigung der notwendigen Reparaturen vollständig unterbrochen werden, welcher Umstand zu sehr lästigen Störungen im Kohlenbetrieb führen kann. Ein weiterer Übelstand ist die Verwendung der Gummistopfen, welche sehr bald merklich angegriffen und schließlicb unbrauchbar werden. Die hierdurch bedingte Neuanschaffung ist ziemlich kostspielig. Schließlicb sind die Apparate sehr gewissenhaft zu beobachten, damit eventuelle Druckveränderungen sofort beseitigt werden können.

Alle diese erwähnten Übelstände werden zum größten Teil eliminiert durch den Gebrauch eines höchst einfachen Apparates, bei dem der Eigendruck der Spritzmasse das Pressen der Fäden bewerkstelligt.

Die Anordnung ist etwa folgende: Ein Glasgefäß *A* aus starkem Hüttenglas ist so aufgestellt, daß es sicher in einem Brett *B* mit entsprechendem Ausschnitt steht. Wir haben die in der Fig. 24 in mm angegebenen Maße als praktisch gefunden, da es aus später anzugebenden Gründen sehr vorteilhaft ist, den Gefäßen ein möglichst großes Fassungsvermögen zu geben. An den Glaskörper *A* ist nun mittelst starken Gummischlauches ein langes, dickwandiges Fallrohr *C* aus Glas angebracht von ca. 25 mm lichter Weite, um die Reibung der Spritzmasse an den Rohrwandungen möglichst zu verringern. An dem Fallrohr *C* ist die Düse *D* befestigt. *E* ist der Spritzzylinder mit dem Fädensieb *F*.

Die Spritzmasse wird nun in das Gefäß *A* bis zu einer bestimmten Marke eingefüllt, wobei man die Vorsicht gebraucht, die Düse *D* in geeigneter Weise zu verschließen. Man läßt nun so lange ruhig stehen, bis die entstandenen Luftblasen aus dem Fallrohr *C* und dem Körper *A* an die Oberfläche der Masse gestiegen sind und die Masse vollkommen klar geworden ist. Hierauf nimmt man den Verschluss von der Düse *D*, worauf die Fadenbildung beginnt. Um die Spritzmasse vor Staub und Wasserdämpfen zu schützen, verschließt man sie dicht mit dem Deckel *E*, in dessen Durchbohrung ein mit Chlorkalzium gefülltes Rohr *F* mittelst Gummistopfens angebracht ist.

Je nach der gewünschten Spritzgeschwindigkeit, dem

Düsendurchmesser und der Viskosität der Masse richtet sich nun die Gesamtlänge vom Spiegel der Masse in *A* bis zur Ausflußöffnung in *D*. Wählt man für alle Düsendurchmesser

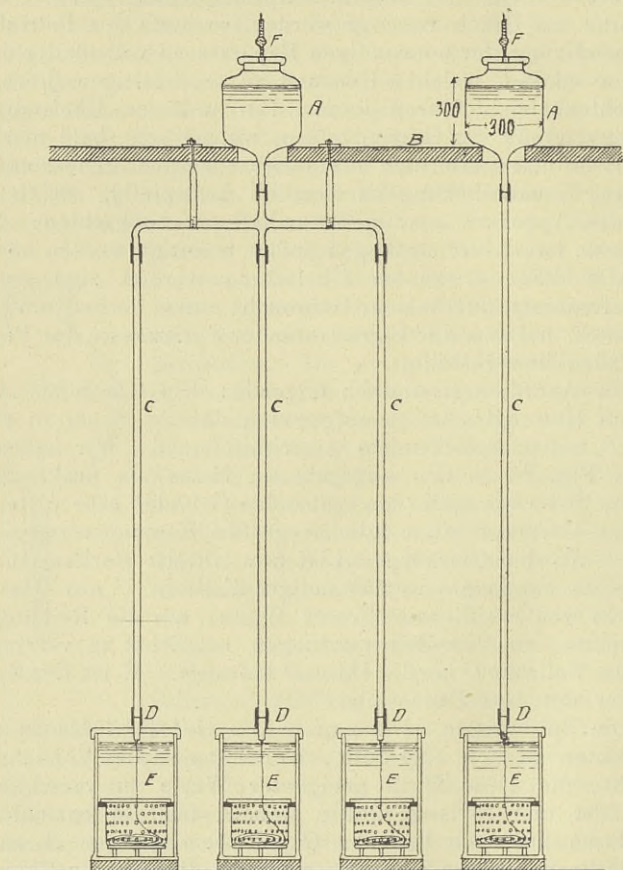


Fig. 24.

ein und dieselbe Fallhöhe, so wird man je nach der Düse eine größere oder kleinere Geschwindigkeit erreichen. Bei einer Fallhöhe von 3,5 m ergeben sich bei Verwendung von Eisessigkollodium 1 : 6 ungefähr folgende Resultate in einer Minute:

Düse 0,30 mm = 1,6 m Faden	Düse 0,75 mm = 3,8 m Faden
„ 0,50 mm = 2,3 m „	„ 1,00 mm = 6,5 m „

Da das Spritzen bei sehr feinen Düsen sehr langsam von-statten geht, so ist es nötig, diese Apparate Tag und Nacht arbeiten zu lassen, um eine zu große Anzahl Apparate zu vermeiden. Ebenso kann man an Stelle des einfachen Fall-rohres *C* ein dreifaches anwenden, wie es ebenfalls Fig. 24 zeigt, wobei man am besten an diese Fallrohre Düsen mit gleichem Querschnitt ansetzt.

Das Nachfüllen der Gefäße mit frischer Masse geschieht am Abend nach beendeter Arbeit, da durch das Betreten des Gerüsts während der Arbeit unvermeidliche Schwan-kungen hervorgerufen und dadurch ein gutes Legen der Fäden beeinträchtigt würde.

Um nun während des Ruhens der Spritzarbeit einen sicheren Verschluss an den Düsen herzustellen, der geeignet ist, ein unbeabsichtigtes Ausfließen der Masse zu verhindern und gleichzeitig ein Festwerden der Masse in den Düsen zu verhüten, bedient man sich gewöhnlich folgenden einfachen Apparates. In Fig. 25 ist *A* die mit Spritzmasse angefüllte Düse. Über die Düse wird ein dicker Gummischlauch *B* geschoben, der den mit einer schüsselartigen Ver-tiefung versehenen Glaskörper *C* trägt. In die Vertiefung bringt man einige Tropfen Eisessig oder Mineralöl der-artig, daß die Kapillare der Düse in die Flüssigkeit hineinragt.

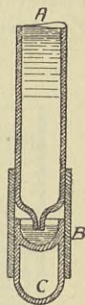


Fig. 25.

Es ist wohl kaum nötig, die hervorragenden Vorzüge einer solchen Spritzanlage besonders hervorzuheben. Abgesehen von der Einfachheit des bequemen und leichten Füllens der Gefäße, liefern diese Apparate Fäden von so außerordentlicher Gleichmäßigkeit, wie sie Apparate, die mit künstlichem Druck betrieben werden, nicht zu erzeugen imstande sind. Wenn man die Gefäße *A* genügend groß wählt, so daß bei einer Tagesarbeit der Spiegel der Masse nur wenig sinkt, so hat die hierdurch bedingte äußerst geringe Druckdifferenz absolut keinen Einfluß auf den Querschnitt der erzielten Fäden. Dem Ver-fasser war es nicht möglich, Unterschiede im Durchmesser an getrockneten Fäden nachzuweisen, auch dann nicht, wenn der Spiegel der Masse um ca. 4 cm gefallen war.

Ähnliche Anlagen finden unter anderen Verwendung bei den Firmen Siemens & Halske, Berlin und Lüdecke & Co., Pasing bei München.

D. Die Spritz- oder Fädensammelgefäße.

Auch die zum Koagulieren und sorgfältigen Sammeln der gepressten Fäden dienenden Gefäße sind von höchst einfacher Konstruktion und bestehen aus:

1. dem Gefäß, das die Koagulierflüssigkeit enthält, und
2. dem im Gefäß befindlichen eigentlichen Fadensammler.

Die ersteren sind zumeist von zylindrischer Form und bestehen aus Glas, Steingut, Porzellan oder Metall. Um die letzteren vor der Einwirkung und dadurch schliesslich bewirkten Zerstörung durch die Säure zu schützen, müssen dieselben mit

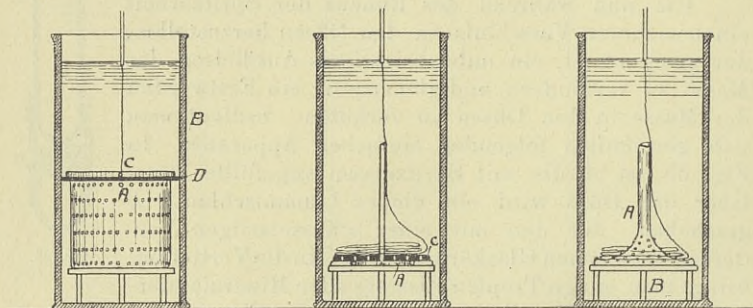


Fig. 26.

Fig. 27.

Fig. 28.

einem säurefesten Material überzogen sein; so verwendet man z. B. eine Mischung von Bienenwachs und Kolophonium und gießt die Gefäße mit der geschmolzenen Mischung in geeigneter Weise aus. Empfehlenswerter sind Glaszylinder, die, obwohl leichter zerbrechlich, ein genaues Beobachten der Fadenbildung gestatten und folgende Dimensionen besitzen: innerer Durchmesser 260 mm, Höhe 520 mm Wandstärke 6 mm (Fig. 26).

Als Fadensammler sind zumeist die drei in den Figuren 26, 27 und 28 dargestellten Körper in Gebrauch.

Das praktischste und fast allgemein benutzte Gefäß ist das Porzellansieb A (Fig. 26), welches mit vielen Löchern versehen ist, um die aus den Fäden tretende Essigsäure oder Salze leicht zu Boden sinken zu lassen. C ist ein im oberen Rand des Siebes angebrachtes Loch, welches dazu dient, das

Sieb mittels eines Glashakens leicht in den Glaszylinder hereinzubringen oder aus demselben herauszuheben. Um ein Aufstossen des Siebes an den Zylinder und ein mögliches Zerschlagen desselben zu verhüten, schiebt man am besten bis unter den oberen Rand des Siebes einen entsprechenden hervorstehenden Gummiring *D*. Die vom Verfasser benutzten Porzellansiebe hatten die in der Fig. 26 angegebenen Dimensionen.

In Fig. 27 ist *A* ein sechseckiger Stern aus Glas, auf dem eine durchlochte, runde Scheibe *C* aus Hartgummi liegt.

In Fig. 28 besteht *A* aus einem gläsernen, durchlochten Trichter, der seitlich etwas erhöht ist, um ein Herabgleiten der Fäden zu erschweren.

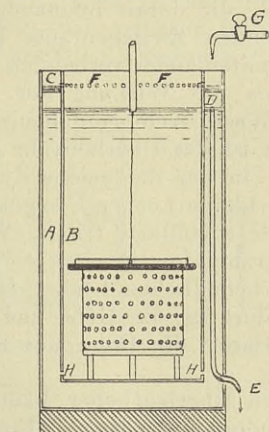


Fig. 29.

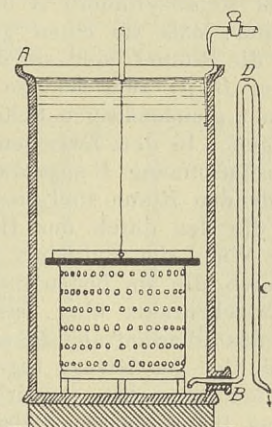


Fig. 30.

Diese angegebenen Fadensammler *A* stehen nun auf einem ca. 6 cm hohen Glasdreibein *B*, um die in oder auf ihnen liegenden Fäden möglichst wenig mit der am Boden des Zylinders sich ansammelnden Säure oder Salzlösung in Berührung zu lassen.

Man kann in sehr einfacher Weise ein fast vollständiges Entsäuern und Waschen der Fäden durch Anbringung von heberartigen Vorrichtungen erreichen; diese müssen so konstruiert sein, daß oben frisches Wasser zufließt, ohne eine merkbare Bewegung hervorzurufen und die Fadenringbildung zu stören, während das am Boden befindliche, stark saure Wasser entfernt wird. Gleichzeitig reguliert man die Standhöhe des Koagulier-

wassers. Diese Gefäße können selbstverständlich nur beim Eisessigkollodiumverfahren Verwendung finden, da das zum Koagulieren der Fäden nötige Wasser in unbegrenzten Mengen billig zur Verfügung steht. Beim Chlorzink- und Kupferoxydammoniakverfahren ist man deshalb gezwungen, die im Spritzzylinder befindliche Koagulierflüssigkeit von Zeit zu Zeit, die erfahrungsgemäß festgelegt ist, vollständig durch frische zu ersetzen.

In den Figuren 29 und 30 sind derartige Spritzzylinder mit konstant wirkenden Hebern und Niveaureglern dargestellt. Fig. 29 zeigt ein Gefäß, wie es z. B. in der Allgemeinen Elektrizitätsgesellschaft, Berlin, in Gebrauch ist. Es besteht aus den Metallzylindern *A* und *B*, die derart ineinander gesetzt sind, daß sie einen genügenden Zwischenraum lassen. Durch die Rinne *C* sind sie dicht miteinander verbunden. Der Zylinder *B* ist zum Schutze gegen die Wirkung der Säure mit einer gleichmäßigen Schicht Wachs-Kolophoniummischung überzogen. In dem Zwischenraum ist das Überlaufrohr *D* mit der Ausflußöffnung *E* angebracht. In der die beiden Zylinder verbindenden Rinne sind ringsum kleine Löcher *F* angebracht, durch die das durch den Hahn *G* zugeführte frische Wasser an der Wand des Zylinders *B* herabläuft. Das saure Wasser tritt durch die am Boden von *B* befindlichen Löcher *H* nach dem Zwischenraum über, steigt dort in die Höhe und läuft durch das Überlaufrohr *D* ab. Durch die Höhe des Rohres *D* wird hier das Niveau reguliert.

Einen ähnlicher gutwirkenden Überlaufheber kann man auch bei Benutzung von Glaszylindern anbringen. (Fig. 30.) Die verwendeten Glaszylinder sind entweder gleich mit einer entsprechenden Abflußrinne *A* in der Hütte angefertigt, oder man kittet eine aus Blech gefertigte Rinne dicht an. Die Zylinder besitzen den Tubus *B*, in welchem mittelst Gummistopfens der Überlaufheber *C* befestigt ist. Das im Heber angebrachte Loch *D* reguliert die Spiegelhöhe im Zylinder.

E. Die rotierenden Spritzgefäße.

Bei der Herstellung der Fäden unterscheidet man wiederum zwei Arbeitsweisen und zwar das Spritzen

1. in feststehenden und
2. in rotierenden Zylindern.

Bei der ersteren Art hat man darauf zu achten, daß die Düse genau in der Mitte des Spritzzylinders steht, damit die entstehenden Fäden möglichst wenig an die Wände des Auffangesiebes anstoßen und ein gutes Liegen der Ringe erzielt wird. Bei richtigem Druck sinkt der gebildete Faden langsam zu Boden und geht dann allmählich nach einigem Hin- und Herbewegen in die Kreisbewegung über. (Fig. 31.) Gibt man einen der verwendeten Düse entsprechenden zu hohen Druck, so tritt diese Kreisbewegung schon vor dem Aufstoßen des Fadens auf den Siebboden ein, und der Durchmesser der gebildeten Kreise wird um so kleiner, je höher der Druck ist (Fig. 32). Dies ist natürlich zu vermeiden, da Fadenringe, die nicht den inneren Durchmesser des Siebes haben, sehr leicht umfallen, wodurch die Fäden durcheinander geworfen

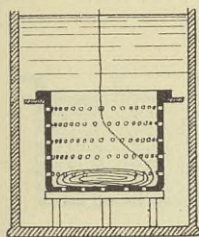


Fig. 31.

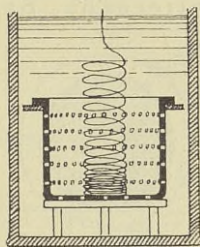


Fig. 32.

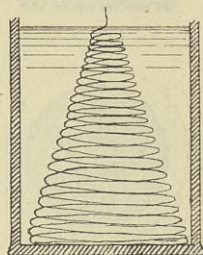


Fig. 33.

werden; hierdurch wird das spätere Aufwickeln fast zur Unmöglichkeit. Hier spielt weiter auch die Wahl der Fallhöhe eine große Rolle, denn je geringer sie ist, desto kleiner werden die gebildeten Ringe im Durchmesser. Ganz auffallend ist dies bei dem Spritzen von starken Fäden zu beobachten, wie es Fig. 33 veranschaulicht. Es bildet sich, da, wie eben erwähnt, die Durchmesser der Kreise immer kleiner werden, je kleiner die Fallhöhe ist, ein förmlicher Turm, dessen Basis sich am Boden, dessen Spitze sich oben befindet. Man hat demnach neben Vermeidung einer merklichen Dehnung der Fäden infolge ihres Eigengewichtes darauf zu sehen, daß die Durchmesser der gebildeten Fadenkreise nach dem vollständigen Füllen der Siebe fast noch ebenso groß sind als zum Beginn des Spritzens.

Ist nun ein Sieb gefüllt, so verschließt man die Düse in

geeigneter Weise oder stellt den Druck ab und hebt das Sieb aus dem Spritzzylinder heraus. Zum leichten Finden des Fadenendes beim Aufwickeln bindet man an dasselbe gewöhnlich eine schwarze Glaskugel und stellt das Sieb in passender Weise in frisches Wasser. Es ist aber hier auch bei dem sorgfältigsten Arbeiten nicht zu vermeiden, daß die Fäden mehr oder weniger durcheinander kommen, zumal sie noch verschiedene Prozeduren, wie das Entsäuern, Denitrieren usw., durchzumachen haben. Die Arbeit des Aufwickeln wird infolgedessen ganz außerordentlich erschwert, besonders bei den feinen Fäden für Hochvoltkoben.

Um diese Mißstände zum größten Teil zu beseitigen, spritzt am besten in rotierende Spritzzylinder. Die

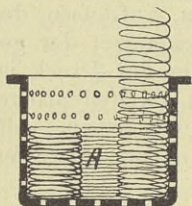


Fig. 34.

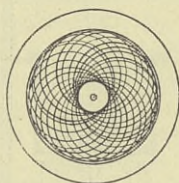


Fig. 35.

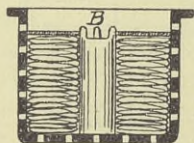


Fig. 36.

Zylinder mit den Sieben stehen bei dieser Anordnung auf passenden Metall- oder Hartholzscheiben, die durch ein Schneckenradgetriebe in langsame Rotation versetzt werden. Diese drehende Bewegung muß so abgestimmt sein, daß die im Zylinder befindliche Flüssigkeit nicht bemerkbar in Unruhe versetzt wird, um das genaue Legen der Fäden nicht zu stören; praktisch verwendet man eine Umlaufzeit von ca. drei Minuten.

Es ist hier nun nötig, einen höheren Druck und damit auch eine größere Spritzgeschwindigkeit anwenden, um Ringe zu erzielen, deren Durchmesser noch nicht die Hälfte des Siebdurchmessers betragen. Im Gegensatz zum Spritzen in feststehende Gefäße kann hier die Düsenmündung nicht in der Mitte des Zylinders stehen, sondern muß entsprechend nach dem Rande zu verschoben werden. Man wählt die Ringdurchmesser so, daß in der Mitte des Siebes noch ein freier

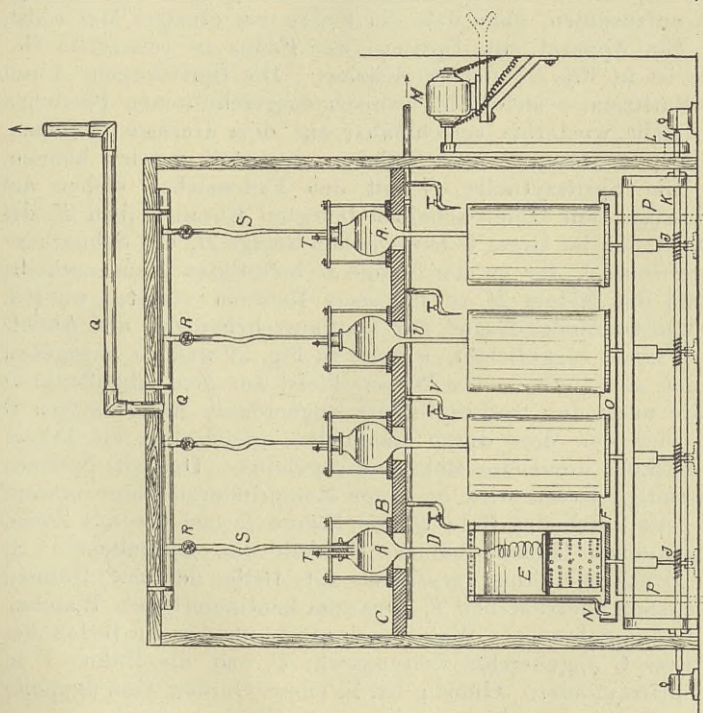


Fig. 37.

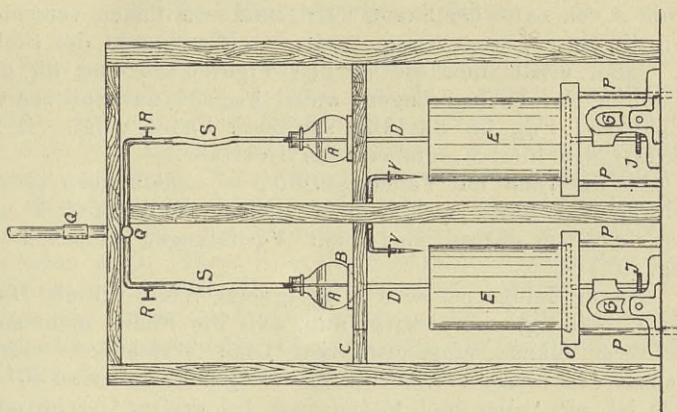


Fig. 38.

Raum *A* von ca. 4 cm bleibt. Bei stärkeren Fäden verschiebt man die Düse etwas weniger weit vom Mittelpunkt des Siebes ab. Man erhält nun die in den Figuren 34 und 35 dargestellten Fädenablagerungen, wobei Fig. 34 das Spritzen von schwachen, Fig. 35 das von stärkeren Fäden zeigt. *A* bezeichnet den hierbei entstandenen Hohlraum.

Ist das Sieb mit Fäden gefüllt, so schiebt man in den Hohlraum *A* einen entsprechend dicken Hohlkörper *B* aus Glas, der am oberen Ende mit Vertiefungen versehen ist. (Fig. 36.)

Dieser Hohlkörper wird in geeigneter Weise mittelst Bindfadens befestigt und bewirkt nun, daß die Fäden nicht mehr aus ihrer einmal eingenommenen Lage verschoben werden können. In dieser Weise wird es ermöglicht, daß man in der Lage ist, ein volles Sieb Fäden auch bei großer Geschwindigkeit aufzuspulen, ohne daß der Faden ein einziges Mal reißt.

Ein Apparat zum Spritzen der Fäden in rotierende Gefäße ist in Fig. 37 und 38 skizziert. Die Spritzkugeln *A* mit der Spritzmasse stehen in konisch ausgeschnittenen Brettchen *B*, welche wiederum verschiebbar auf dem Gerüste *C* stehen, so daß die Düsen *D* nach Belieben eingestellt werden können.

Die Spritzzylinder *E* mit den Fadensieben stehen auf drehbaren, mit Gummischeiben belegten Eisenscheiben *F*, die mittelst der im Lager *G* beweglichen Stange *H*, des Schneckenradgetriebes *J*, der an der Stange *K* befestigten Riemenscheibe *L* und des Motors *M* in langsame Rotation versetzt werden. Die Spritzzylinder *E* sind für kontinuierlichen Zu- und Abfluß des Wassers eingerichtet, wie sie in Fig. 29 und 30 angegeben worden sind. Das saure Wasser fließt aus dem Abflußrohr *N* in die unter den Spritzzylindern angeordnete Abflußbecken *O* und wird von dort durch die hohlen, gleichzeitig als Träger des Beckens dienenden Röhren *P* abgeleitet. Der zum Spritzen notwendige Druck wird in einer Komprimiermaschine erzeugt und tritt durch das Rohr *Q*, die Hähne *R* und die mit Zwirn umspunnenen Gummischläuche *S* nach den Spritzkugeln *A*. Die Druckregulierung geschieht mit Hilfe der mit Hähnen versehenen Glasröhrchen *T*. Das zum kontinuierlichen Waschen der Fäden gebrauchte Wasser gelangt durch das am Boden des Gerüsts *C* angebrachte Leitungsrohr *U* und die Hähne *V* in die Spritzzylinder. Günstig ist, in einem Gerüste eine doppelte Reihe Spritzapparate anzuordnen, um Platz zu sparen.

F. Die Koagulierflüssigkeiten.

Was die zum Festwerden der Fäden notwendigen Koagulierflüssigkeiten anbelangt, so sind dieselben je nach den Eigenschaften der verwendeten Spritzmassen verschieden. So bedient man sich beim Eisessigkollodiumverfahren des Leitungswassers, während man beim Chlorzinkverfahren 70 %igen Alkohol und beim Kupferoxydverfahren verdünnte organische oder anorganische Säuren, wie Weinsäure, Salz- und Schwefelsäure, verwenden muß. Diese Koagulierflüssigkeiten haben bei allen Verfahren den Zweck, die gespritzten Fäden möglichst schnell erhärten zu lassen und gleichzeitig aus den hart gewordenen Fäden die angewendeten Lösungsmittel und eventuell hinzugesetzten Salze vollkommen herauszulösen.

V. Das Spritzen der hohlen, runden Fäden.

Erwähnenswert und interessant sind endlich die Methoden, mittelst welcher man zu hohlen Fäden und Kohlen gelangt.

Man verfolgt bei ihrer Herstellung den Zweck, die bisweilen große Länge der Kohlenfäden, namentlich für Hochvoltlampen, bedeutend abzukürzen.

Die Herstellung hohler Fäden und Kohlen bietet jedoch ziemlich große Schwierigkeiten, sowohl was das Pressen als auch das Trocknen und Karbonisieren anbelangt. Man befaßt sich aus diesem Grunde nur in sehr geringem Maße mit ihrer Fabrikation. Soweit dem Verfasser bekannt ist, ist die Glühlampenfabrik von Gebr. Pintsch, Fürstenwalde, eine der wenigen, welche derartige Kohlen im großen herstellt und verwendet.

Folgende zwei Verfahren sollen kurz erwähnt werden. Die bekannteste und wohl auch meist im Gebrauch befindliche Herstellungsweise ist folgende, bei der die in Fig. 39 dargestellte Düse zur Verwendung gelangt. *A* ist das Düsenrohr mit der Kapillare *B*. Durch das Rohr *C* gelangt die Spritzmasse in das Düsenrohr *A*. An das Rohr *A* ist ein zweites Rohr *D* mit demselben Durchmesser angeschmolzen, welches eine zweite Kapillare *E* trägt, die

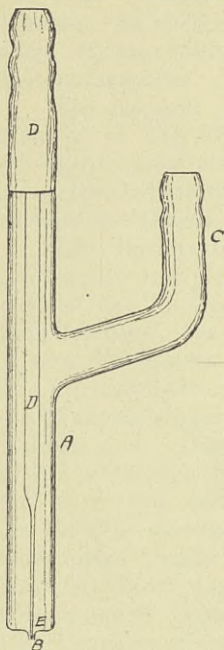


Fig. 39.

genau in die Mitte der Kapillaröffnung von *B* hineinragt. Die Spritzmasse wird nun in geeigneter Weise durch *C* und *A* gepresst und strömt bei *B* aus. Zu gleicher Zeit tritt durch *D* und *E* eine Koagulierflüssigkeit, z. B. Wasser, Alkohol usw., aus und bedingt

hierdurch die Röhrenbildung. Der innere Durchmesser der Kapillare *B* ergibt den äußeren Durchmesser, der der Kapillare *E* den inneren Durchmesser des gebildeten Fädenröhrchens. Je nach der gewünschten Wandstärke richten sich die Durchmesser dieser beiden Kapillaren. Man hat hierbei zu beachten, daß die beiden notwendigen Drucke zum Pressen der Masse und der Koagulierflüssigkeit immer genau dieselben bleiben, sofern man Röhrchen mit gleicher Wandstärke auf der ganzen Länge erzielen will.

Eine zweite Methode ist das Spritzen von Eisessigkollodiummasse in Alkalikarbonatlösungen. Die Bildung der Röhrchen beruht hierbei auf der durch die rapide Absorption der Essigsäure durch das Karbonat hervorgerufenen Kontraktion der Kollodiummasse. Man verwendet zum Spritzen die einfachen Düsen, wie sie früher beschrieben worden sind. Die Wandstärke der Röhrchen wird durch die Konzentration der Karbonatlösung reguliert. Je konzentrierter man die Lösung anwendet, um so größer ist die hervorgerufene Kontraktion und um so geringer ist die erzielte Wandstärke. Da die an den Fädenwandungen haftenden Kohlensäurebläschen die gebildeten Fädenringe sehr bald an die Oberfläche der Koagulierflüssigkeit treiben und dann ein geordnetes Spritzen nicht mehr möglich ist, ist man genötigt, das Spritzen in anderer Weise anzuordnen. Man kann hierbei so verfahren, wie es in Fig. 40

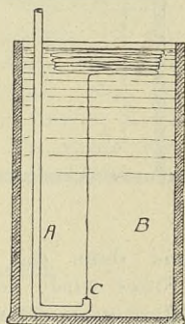


Fig. 40.

veranschaulicht ist. Das Rohr *A* reicht bis nahe an den Boden des die Karbonatlösung enthaltenden Zylinders *B*, ist dann zweimal rechtwinklig umgebogen, so daß die Düse mit der Kapillare *C* sich nach oben öffnet. Der austretende Faden wird durch die entwickelten, an der Oberfläche des Fadens haftenden Kohlensäurebläschen nach oben getrieben und ordnet sich an der Oberfläche des Koagulierbades kreisförmig zum Ring an. Bei dieser Spritzart hat man die Vorsicht zu gebrauchen, die gebildeten Fädenringe sehr bald abzunehmen und zum Waschen zu bringen, da sonst die in das Innere des Fädenröhrchens dringende Karbonatlösung dort Veranlassung gibt zur Bildung von Kohlensäure, die infolge des erzeugten Druckes dann das Röhrchen auftreiben und schliesslich zerplatzen kann.

Es ist deshalb praktischer, zur Ermöglichung einer ununterbrochenen Arbeit den in Fig. 41 angedeuteten Apparat zu benutzen. Durch die Düse *A* tritt der Faden in den Behälter *B* mit der Karbonatlösung, wird dort gefangen und über die Rollen *C*, *D* und *EE'* nach dem zweiten Behälter *F* geleitet und auf der Walze *G* aufgespult. Der Behälter *F* enthält Leitungswasser zum Waschen und wird am besten mit kontinuierlichem Wasserzufluss und Abfluss versehen.

Da durch die Bildung von essigsaurem Alkali die Karbonatlösung sehr bald eine geringere Konzentration erhält

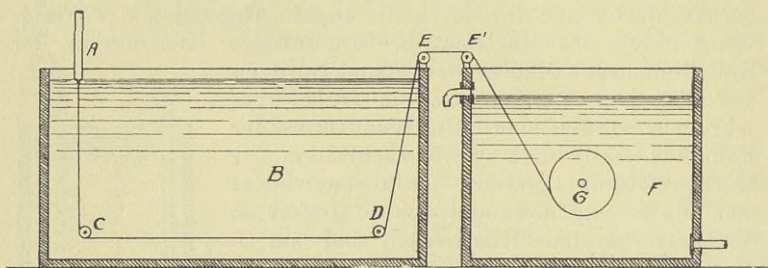


Fig. 41.

und dann die Wandstärke der Fäden naturgemäß immer größer wird, so hat man dafür zu sorgen, daß die Lösung öfters erneuert wird. Bisweilen kommt es auch vor, daß ein Stückchen Faden massiv bleibt, während direkt anschließend die Röhrenbildung wieder zum Vorschein kommt. Es ist dies am besten wohl so zu erklären, daß das massive Stück Faden beim Eintritt in die Karbonatlösung mit stark verbrauchter Lösung in Berührung gekommen ist, so daß die rapide Kontraktion nicht eintreten konnte.

Über die Berechnung der hohlen Fäden und Kohlen und das Verhältnis zu gleichwertigen Vollkohlen siehe S. 140.

VI. Das Waschen der Fäden.

Das Waschen der Fäden hat den Zweck, die noch im Faden befindliche Säure und Salze vollständig herauszulösen, da das Verbleiben derselben im Faden nur schädlich wirken kann. Es ist wohl ohne weiteres klar, daß die kurze Zeit, während welcher die Fäden beim Spritzen in der Koagulierflüssigkeit liegen, selbst bei Anwendung von kontinuierlichen Hebern (Eisessigkollodiumverfahren) ein genügendes Waschen nicht ermöglicht, zumal die letzten Reste von Säure und Salzen ziemlich hartnäckig in dem festgewordenen Faden zurückgehalten werden, ganz besonders in starken Fäden.

A. Waschen der Nitrozellulosefäden.

Im Faden befinden sich freie Essigsäure und essigsaures Alkali, welche leicht durch Auskochen einer Probe zerkleinerter Fäden mit destilliertem Wasser nachgewiesen werden können. Beide Verunreinigungen müssen sorgfältig entfernt werden aus folgenden Gründen: Freie Essigsäure scheidet, wie jede andere Säure auch, bei der späteren Behandlung mit Schwefelammon Schwefel am Faden ab, der dann eine kräftige Denitrierung bis in den inneren Kern der Fäden in beträchtlichem Maße zu verhindern vermag. Ein Gehalt von essigsaurem Alkali macht den Faden im trockenen Zustand spröde und brüchig und aus diesem Grunde ungeeignet zur weiteren Verarbeitung. Weiter wird dadurch der Rückstand im Faden und der Kohle stark erhöht. Dieser Umstand ist einer von den Gründen, die das sogenannte Verziehen der Kohlen beim Präparieren veranlassen. Man erreicht ein sauberes Entsäuern und Waschen, wenn man die Fäden eine genügend lange Zeit mit fließendem Leitungswasser in Berührung läßt. Man be-

nutzt dazu flache Behälter oder Wannen aus Steingut oder Metallblech (Fig. 42); letztere müssen selbstverständlich mit einem wasser- und säurefesten Überzug versehen sein. In diese Behälter bringt man die Fädensammler mit den Fäden, z. B. die beschriebenen Porzellansiebe. Der Zufluss des Wassers liegt am besten in der Nähe des Bodens und das Abflußrohr oben, so daß das neu zufließende Wasser gezwungen ist, seinen Weg von unten nach oben durch sämtliche Siebe zu nehmen. Das Überlaufrohr ist derart angebracht, daß die Siebe immer von dem langsam fließenden Wasser bedeckt sind.

Eine andere sehr praktische Waschvorrichtung zeigt Fig. 43. Sie besteht aus geeigneten Tonzylindern, von denen je nach Bedarf mehrere zusammengeschlossen werden können. In diese Zylinder bringt man nun die Siebe. *A* ist ein aus Porzellan oder dicken Glasröhrchen hergestelltes Gestell, auf

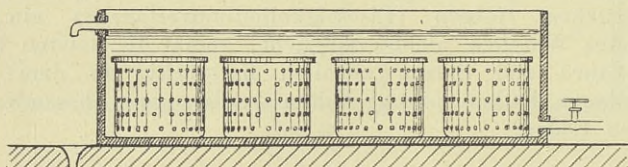


Fig. 42.

welchem das unterste Sieb steht. Auf dem Sieb liegt ein Gummiring *B*, der durch sein dichtes Anliegen an den Zylinderwänden das Wasser zwingt, durch die Siebe und die Fäden zu strömen. Die Höhe der Zylinder wählt man am besten so, daß man 4—5 Siebe bequem unterbringen kann.

Wie schon erwähnt, dauert das Waschen eine längere Zeit. Man kann diese Zeit bedeutend abkürzen, wenn man auf 30—40° C angewärmtes Wasser verwendet. Durch genaue Aschenbestimmungen war es dem Verfasser möglich, festzustellen, daß bei Benutzung von warmem Wasser nach ca. vier Stunden der geringste mögliche Aschengehalt erreicht war, der durch weiteres anhaltendes Waschen nicht weiter herabgedrückt werden konnte. Ein längeres Waschen bedeutet demnach eine Zeit- und Wasserverschwendung.

Es werde niemals unterlassen, zum Schluss nochmals eine kurze Zeitlang, ca. eine halbe Stunde, mit destilliertem Wasser zu waschen, um das Leitungswasser zu verdrängen und die mit

demselben in die Fäden gelangten geringen Mengen Kalk- und Magnesiumsalze zu entfernen. Angestellte Bestimmungen ergaben sofort einen wesentlich geringeren Rückstand als bei Fäden, die nur mit Leitungswasser behandelt worden waren. Bei der Behandlung mit Schwefelammon bilden diese Salze unlösliche Schwefelverbindungen, wie z. B. Schwefelcalcium (CaS), die im Faden verbleiben und bei der Karbonisierung den Rückstand vergrößern. Um die schädliche Wirkung eines zu hohen Aschegehaltes zu zeigen, hat der Verfasser folgenden Versuch angestellt:

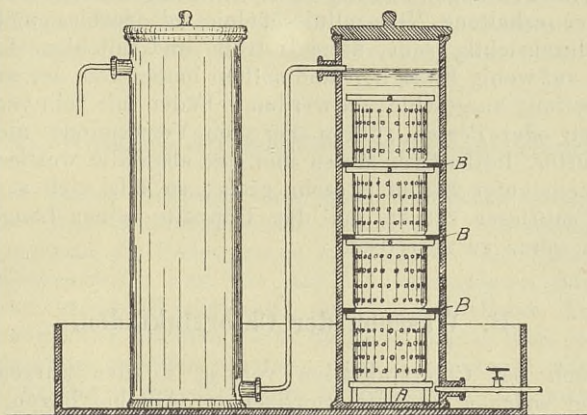


Fig. 43.

- I. Ein Sieb Fäden aus Düse 0,50 mm wurde vier Stunden lang mit warmem (40°C), destilliertem Wasser gewaschen.
- II. Ein Sieb Fäden von derselben Düse wurde vier Stunden lang in Leitungswasser gebracht, dem 2% Chlorkalzium zugesetzt worden war.

Beide Sorten Fäden wurden nun in jeder folgenden Phase genau gleich behandelt und die gebogenen Fadenbündel in demselben Graphittiegel karbonisiert. Der Erfolg war der, daß die erhaltenen Kohlen von

- I. sich beim Präparieren nicht verzogen, während die von
- II. sich stark verzogen.

Diese Beobachtung stimmt mit der Tatsache überein, daß öfters aus ein und demselben Kohlenbündel sich Fäden verziehen, während die große Mehrzahl gut ist. Dies kann nicht auf einen Karbonisierungsfehler zurückgeführt werden, denn dann müßten sämtliche Kohlen des Bündels sich verziehen. Es ist deshalb anzunehmen, daß das dichte Zusammenliegen der Fäden im Siebe ein sorgfältiges Waschen der im Innern befindlichen Fäden bis zu einem gewissen Grade verhindert und diese Fäden einen erheblich größeren Rückstand aufweisen als die außen befindlichen. Auch in dieser Hinsicht angestellte Prüfungen bestätigten die oben angeführte Vermutung.

Der erhaltene Nitrozellulosefaden soll farblos und glasartig durchsichtig sein, niemals trübe und milchig. Letztere deuten auf wenig Festigkeit und sollten immer von der weiteren Verarbeitung ausgeschlossen werden. Fäden mit fein verteilten Bläschen oder Perlen rühren her von Verwendung nicht gut evakuierter, lufthaltiger Masse und sind ebenfalls wertlos. Die Festigkeit guter Fäden ist sehr groß; so läßt sich z. B. ein Faden mittlerer Stärke um das Doppelte seiner Länge ausdehnen, ohne zu zerreißen.

B. Waschen der Chlorzinkfäden.

Auch bei Chlorzinkfäden vermag in der kurzen Zeit, während welcher sie beim Spritzen im Alkohol liegen, dieser nicht vollständig das Chlorzink herauszulösen. Man ist auch hier genötigt, ein sorgfältiges Waschen anzuwenden, um reine Zellulosefäden zu erhalten. Zu diesem Zweck bringt man die Fäden zuerst in ein frisches Bad von 70 %igem Alkohol und fördert am besten das Auslaugen durch öfteres Heben und Senken der Siebe oder anderer benutzter Fädensammler. Das erste Verfahren dauert ca. 2 Stunden. Hierauf erfolgt das Waschen in salzsäurehaltigem Wasser, und zwar verwendet man zuerst eine konzentriertere und dann eine schwächere Lösung von Salzsäure in Leitungswasser. So benutzt man z. B. als erstes Säurebad eine Lösung von 200–250 ccm konzentrierter Salzsäure (spezifisches Gewicht 1,19) auf 50 l Leitungswasser und als zweites eine Lösung von 70–75 ccm Salzsäure auf 50 l Wasser. Um die Salzsäure wieder zu entfernen, wäscht man schließlich in reinem Leitungswasser und hierauf am besten nochmals mit destilliertem Wasser.

Nach einer anderen Methode, Chlorzinkfäden sauber auszuwaschen, verfährt man folgendermaßen: Nachdem die Fäden fertig gespritzt worden sind, bringt man sie in frischen, mit etwas Salzsäure angesäuerten Alkohol und läßt sie 1—2 Tage, je nach dem Durchmesser der Fäden, darin liegen. Hierauf bringt man dieselben in reines, schwach mit Salzsäure angesäuertes Wasser, welches öfters erneuert wird, und behandelt darin die Fäden 3—4 Tage lang. Hierauf wird bis zur Neutralität mit reinem Wasser ausgelaugt. Diese ganze Waschprozedur dauert demnach je nach dem Durchmesser der Fäden 4—5 Tage. Auch hier empfiehlt es sich, Aschenbestimmungen vorzunehmen, um das Ende des Waschprozesses feststellen zu können.

C. Waschen der Kupferoxydammoniakfäden.

Im Faden befinden sich noch merkliche Mengen von Kupfer- und Ammoniaksalzen, zu deren vollständigen Beseitigung man die Fäden zuerst in geeignete Säurebäder bringt. Die Konzentration und die Art der verwendeten Säuren ist hier von großer Wichtigkeit; um ein schnelleres Auslaugen zu ermöglichen, hat man dafür Sorge zu tragen, daß die Fäden in Bewegung gehalten werden, damit sie immer wieder mit neuer, kräftig wirkender Säure in Berührung kommen. Zum Schluß wäscht man mit destilliertem Wasser, bis eine Auskochung einer kleinen Menge Fäden sich als neutral erweist.

Soweit dem Verfasser bekannt, besitzen die erhaltenen nassen Fäden doch nicht dieselbe Festigkeit wie Fäden, die nach den anderen beiden Verfahren hergestellt worden sind. Es sind infolgedessen auch bei dem nunmehr folgenden Aufspulen gewisse Vorsichtsmaßregeln anzuwenden. Nichtsdestoweniger sollen aber die hergestellten Kohlen durchaus gleichmäßigen Querschnitt haben, ausgezeichnete Elastizität besitzen und gute elektrische Eigenschaften aufweisen.

VII. Das Denitrieren oder Reduzieren der Nitrozellulosefäden.

Die nach dem Chlorzink- und dem Kupferoxydammoniakverfahren hergestellten Fäden sind nach erfolgtem Waschen fertig zum Aufwickeln; anders verhält es sich mit den Nitrozellulosefäden, die nun noch den Denitrierprozeß durchzumachen haben. Das Denitrieren hat den Zweck, die in der Nitrozellulose angelagerten explosiven Nitrogruppen vollständig zu entfernen, um zu reiner, karbonisierbarer Zellulose oder Hydrozellulose zu gelangen. Fast durchweg verwendet man in der Glühfädenfabrikation das gelbe Schwefelammon, welches, obwohl ein sehr unangenehmer Körper, von allen durchprobierten Mitteln die kräftigste Denitrierwirkung aufweist, ohne die Festigkeit und andere physikalischen Eigenschaften der Fäden allzusehr zu beeinflussen.

Man hat nun vielfach versucht, dieses Schwefelammon durch andere denitrierende Mittel zu ersetzen. Ganz besonders kommen hierfür in Betracht die Metallchlorürlösungen in saurer Lösung, wie z. B. Kupfer-, Zinn-, Eisen-, Mangan- und Chromchlorür¹⁾. Versuche mit diesen Salzlösungen in verschiedener Konzentration und bei verschiedener Temperatur haben aber keine befriedigenden Resultate ergeben. Vorzüglich eignen sich diese Metallsalzlösungen wohl zum Denitrieren der künstlichen Seide, da man es dort mit Fäden von außerordentlicher Feinheit zu tun hat, die nicht karbonisiert werden, bei denen also eine geringe verbleibende Menge Stickstoff keine gefährliche Rolle spielen kann. Gewiß tritt bei Verwendung dieser Mittel auch bei den Fäden für Glühkohlen eine Denitrierung ein; diese ist aber bei der im Verhältnis zu den Fäden der künstlichen

¹⁾ So nach Dr. H. Richter überhaupt alle sauren Metalloxydulsalzlösungen, die leicht in Metalloxydsalze überführbar sind. In der Zelluloid-Zeitung vom 16. Dezember 1905 wird z. B. eine schwach saure Eisenchlorürlösung empfohlen. Bei ihrer Verwendung als Denitriermittel hat man diese Lösung auf 100° C zu erwärmen.

Seide außerordentlich großen Stärke nicht bis in den innersten Kern durchgreifend; die zurückbleibende Menge Nitrogruppe reicht hin, um den Faden beim Karbonisieren zu zerstören. Auch ein anhaltendes Erwärmen der Fäden bei 35° in einem Bade von verdünnter Salpetersäure (spezifisches Gewicht 1,30), wie es von Chardonnet in Besançon¹⁾ zur Denitrirung von Kunstseide angewendet wird, führte zu keinem befriedigenden Resultat. Fäden von 0,55 mm Durchmesser zeigten nach zwölfstündiger Behandlung noch 3,16 %. N. Süvern²⁾ ermittelte an N in Chardonnetseide bis zu 0 15 %.

Ebenso wertlos für Glühfäden erwies sich die Behandlung derselben mit konzentrierten Lösungen von Alkalisulfokarbonaten, Calciummonosulfür und Calciumsulfhydrat.

Die Denitrirarbeit ist neben dem Spritzen und dem Karbonisieren wohl die schwierigste Arbeit und erfordert sowohl peinliche Sauberkeit als auch gewissenhafte Aufmerksamkeit des Arbeiters. Im

allgemeinen verfährt man so, daß die Siebe mit den gewaschenen Nitrozellulosefäden in ein passendes zylindrisches Glas- oder Porzellangefäß gebracht werden, welches

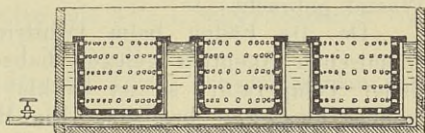


Fig. 44.

die zum Denitrieren nötige Menge Schwefelammon (18—20 %) enthält. Man rechnet ungefähr auf 500 g nasse Fäden $2\frac{1}{2}$ —3 l Schwefelammon. Diese Gefäße werden zur Verhinderung des schnellen Entweichens von H_2S mit Glasscheiben bedeckt und in einen geeigneten Bottich (Fig. 44), der mit Wasser angefüllt ist, gebracht. Man erwärmt nun mittelst einer Heizschlange mehrere Stunden lang auf ca. 50 — 60° , während welcher Zeit die gelbe Farbe des frischen Schwefelammons in Dunkelrotbraun übergeht und der Gehalt an wirksamem $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ von 20 % auf 2,5—3 % herabsinkt. Es ist nicht möglich, dieses Schwefelammon noch weiter auszunutzen, da die Polysulfide usw., welche sich gebildet haben, jede weitere Reaktion verhindern. Hierauf bringt man die Siebe, nachdem man das verbrauchte Schwefelammon hat schnell abtropfen lassen, nochmals in bereit

¹⁾ D.R.P. 45 125 vom 4. März 1888.

²⁾ Süvern, Die künstliche Seide, S. 118.

gestellte Glasgefäße mit frischem Schwefelammon, wärmt an und läßt sie eine kurze Zeit (ca. zwei Stunden) darin stehen. Dies ist nötig, damit die letzten Reste von Nitrogruppe entfernt werden und damit eventuell im Faden abgeschiedener freier Schwefel (was besonders leicht bei sehr starken Fäden eintritt) wieder gelöst wird. Der Prozentsatz des frischen Schwefelammons sinkt bei diesem zweiten Verfahren ungefähr von 20 % auf 18 %. Dieses Schwefelammon kann ohne weiteres für die nächste neue Charge verwendet werden.

Die denitrierten Fäden werden nun gewaschen, um das Schwefelammon zu entfernen. Man bringt die Siebe entweder in Tonzylinder oder Waschkästen aus Blech, wie sie früher beschrieben worden sind, und wäscht so lange zuerst mit Leitungswasser, bis das Wasser mit Nitroprussidnatrium keine Rotfärbung mehr erzeugt. Hierauf werden sie zur Verdrängung des Leitungswassers nochmals eine kurze Zeit in destilliertes Wasser gebracht.

Da die Fäden beim Denitrierprozeß längere Zeit in chemischen Agentien gelegen haben bei immerhin beträchtlicher Temperatur, so ist es klar, daß sie nicht mehr die frühere Festigkeit besitzen. Ein Meter Faden von mittlerer Stärke (Düse 0,50—0,60 mm), der sich vor der Schwefelammonbehandlung bis zum Zerreißen auf ca. 2 m ausdehnen ließ, reißt nach der Behandlung schon bei einer Dehnung auf 1,60 m.

Um die Fäden auf gute Denitrierung zu prüfen, befeuchtet man eine Probe derselben mit einer Lösung von Diphenylamin in konzentrierter Schwefelsäure. Ist noch eine reichliche Menge unveränderter Nitrozellulose vorhanden, so tritt rasch eine dunkelblaue Färbung ein; ist dagegen der Stickstoffgehalt nur verschwindend, so tritt entweder gar keine oder nur sehr schwache Blaufärbung ein. Brucinsulfatlösung erzeugt in stickstoffhaltigen Fäden eine ziegelrote Färbung.

Zum Schluß sei noch dringend empfohlen, den gesamten Denitrierprozeß in einem gut ventilierten Digestorium vorzunehmen, da die Schwefelammondämpfe äußerst stark die Augen- und Atmungsorgane angreifen. Schwefelammondämpfe, in größeren Mengen eingeatmet, verursachen bald bößartige Vergiftungen.

Was den chemischen Vorgang beim Denitrieren von Nitrozellulose anbelangt, so läßt sich eine befriedigende Formel sehr schwer aufstellen. Sicher ist, daß die Nitrozellulose zu

Zellulose oder Hydrozellulose reduziert wird und dafs hierbei Polysulfide und freier Schwefel abgeschieden werden. Der entstehende Schwefel kristallisiert, zumal aus stark verbrauchtem Schwefelammon, in kleinen verkürzten rhombischen Pyramiden P.OP in Krusten an die Wandungen des Gefäßes an; so kann leicht ein grofser Teil des im ursprünglichen Schwefelammon enthaltenen Schwefels zurückgewonnen werden.

Um einen Einblick in den Verlauf des Denitrierprozesses zu gewinnen und festzustellen, welche Einflüsse verschiedene Mengen und verschiedene Temperaturen haben, wurde folgender Versuch angestellt (Durchmesser der Fäden 0,65 mm):

- I. 900 g feuchte Fäden zusammengebracht mit $3\frac{1}{2}$ l Schwefelammon von 18,5 % und 15,5 ° C;
- II. 600 g feuchte Fäden, $3\frac{1}{2}$ l Schwefelammon von 18,5 % bei 15,5 ° C;
- III. 300 g feuchte Fäden mit $3\frac{1}{2}$ l Schwefelammon von 18,5 % bei 15,5 ° C;
- IV. 300 g feuchte Fäden mit $3\frac{1}{2}$ l Schwefelammon von 18,5 % bei 30 ° C.

Um die Ausstrahlung der entstehenden Reaktionswärme möglichst zu verhindern, wurden sämtliche Gefäße mit einer dichten Asbesthülle umgeben. Der Verlauf war nun folgender:

Zeit in Minuten	I.		II.		III.		IV.	
	Grad Celsius	(NH ₄) ₂ S %	Grad Celsius	(NH ₄) ₂ S %	Grad Celsius	(NH ₄) ₂ S %	Grad Celsius	(NH ₄) ₂ S %
10	25,0	14,2	19,0	17,6	16,5	17,8	34,0	13,8
20	28,5	10,8	21,5	12,2	17,0	15,5	37,0	6,8
30	42,0	8,5	26,0	10,8	18,5	13,6	41,5	3,4
40	44,5	3,6	28,5	6,8	19,5	10,8	46,5	3,0
50	44,0	3,2	28,0	4,5	20,0	9,8	45,5	2,9
60	43,0	2,9	27,0	4,2	20,5	9,7	45,0	2,8
90	38,5	2,8	25,5	4,2	20,0	9,5	40,5	2,6
120	29,0	2,8	22,0	4,0	19,0	9,2	35,0	2,6
180	22,0	2,8	19,5	4,0	18,0	9,2	28,0	2,6
240	18,5	2,8	18,0	3,9	17,5	9,2	22,5	2,6
300	16,5	2,7	16,5	3,9	17,5	9,1	17,5	2,5
360	16,0	2,7	16,0	3,8	17,0	9,1	16,5	2,5

Nach 6 Stunden wurden sämtliche Siebe umgesetzt in Gläser, die mit je 3¹/₂ l frischem Schwefelammon von 18,5 % Gehalt angefüllt waren, und in ihnen 2 Stunden lang gelassen.

Darauf wurden die Fäden gewaschen und der Gehalt des Schwefelammons titrimetrisch bestimmt. Es ergab sich:

bei I.	17,6 %,
„ II.	17,0 %,
„ III.	15,8 %,
„ IV.	17,6 %.

Diese prozentuale Gehaltsabnahme rührt nicht allein her von weiterer Einwirkung des frischen Schwefelammons, sondern teilweise auch daher, daß das in den Fäden befindliche stark verbrauchte Ammonsulfid, z. B. bei I. 2,7 % sich mit dem frischen vermischt und so den Gehalt stark herabdrückt. Eine tiefergreifende zweite Denitrierung konnte also nur bei III. konstatiert werden.

Die Stickstoffbestimmungen in den gewaschenen Fäden wurden nach der Jodlbaurschen Methode ausgeführt und ergaben folgende Resultate:

I.	0,04 % N,
II.	0,12 % N,
III.	2,27 % N,
IV.	0,04 % N.

Die besten Resultate wurden also erzielt bei I., wo viel Fäden mit wenig Ammoniumsulfid zusammengebracht wurden, und bei IV., wo die entstehende Reaktion durch von aussen zugeführte Wärme kräftig gefördert wurde. Es ist also eine unbedingte Notwendigkeit, daß man die Verhältnisse zwischen Fadenmasse und Schwefelammon so regelt, daß eine große Reaktionswärme durch den chemischen Prozeß entstehen kann, oder, wo dies nicht möglich ist, diese nötige Wärme künstlich zugeführt wird. Es ist deshalb auch leicht ersichtlich, daß bei III. eine gute Denitrierung nicht erfolgen kann, da die in Wirklichkeit entstehende Reaktionswärme viel zu gering ist, um das ganze Quantum des überschüssigen Schwefelammon zu der nötigen Temperatur zu bringen. Ganz auffallend zeigt sich dies, wenn man z. B. 300 g nasse Fäden mit 10 l Schwefelammon zusammenbringt. Es ist hierbei nicht möglich, auch nach tagelangem Stehenlassen, eine gute Denitrierung zu erreichen. Diese Fäden ergaben noch einen Stickstoffgehalt von 2,96 %.

Bei sehr starken Fäden, z. B. bei allen Durchmessern über 1 mm, gestaltet sich der Denitrierprozess noch schwieriger. Das in den Faden eindringende Schwefelammon wird dort sehr rasch verbraucht, und es scheidet sich dann massenhaft Schwefel im Faden und bisweilen auch an der Oberfläche ab, so daß die Fäden oft vollständig weiß aussehen. Dieser abgeschiedene Schwefel schützt nun gewissermaßen den Nitrozellulosefaden von jeder weiteren denitrierenden Einwirkung. Man ist in diesem Falle gezwungen, sehr bald diese Fäden in frisches warmes Schwefelammon zu bringen, um den abgeschiedenen Schwefel wieder zu lösen und eine weitere kräftige Reaktion wieder zu ermöglichen. Dieses Verfahren ist so oft zu wiederholen, bis eine der oben angegebenen Untersuchungen den Faden zur weiteren Verarbeitung und zur Karbonisierung geeignet erscheinen läßt.

Welche schädlichen Wirkungen merkbare im Faden verbliebene Mengen von Stickstoff (als explosive Nitrogruppe vorhanden) auf die beim Karbonisieren entstehende Kohle ausüben, wird an der betreffenden Stelle näher erörtert. (S. 117.)

VIII. Das Aufwickeln und Trocknen der Fäden.

Der fertiggewaschene Zellulosefaden muß zum Trocknen in entsprechender Weise aufgewickelt werden. Da der nasse, weiche Faden sich beim Trocknen ganz bedeutend zusammenzieht, so muß man in erster Linie die verwendeten Haspeln oder Trommeln derart einrichten, daß sie ein genügendes Schwinden der Fäden gestatten, ohne daß dieselben dabei zerrissen werden. Ein weiteres sehr wichtiges Moment ist,

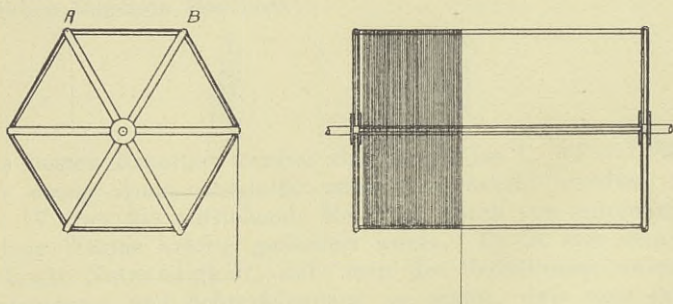


Fig. 45.

daß die Fäden ihren runden Querschnitt behalten und sich nicht an den Auflagestellen flach drücken. Sehr begünstigt wird die Erhaltung der runden Form durch möglichst schnelles Trocknen.

Beim Aufwickeln machen sich nun alle in den vorhergehenden Fabrikationsstufen begangenen Fehler recht unangenehm bemerkbar. Fäden, die aus schlechter Wolle hergestellt worden sind, haben gewöhnlich nicht die gewünschte Zähigkeit und platzen beim Trocknen auch bei Einhaltung der

nötigen Vorsichtsmafsregeln ab. Das gleiche geschieht mit Fäden, die bei der Herstellung manuell unvorsichtig behandelt worden sind und Eindrücke und Einschnürungen erhalten haben. Beim Trocknen zerreißen diese Fäden an den erhaltenen dünnen Stellen.

Man verwendete zuerst sechseckige Holzhaspeln (Fig. 45), die so konstruiert waren, dafs die Entfernung der Speiche *A* von *B* gleich der gewünschten Fadenlänge entsprach. Die Haspeln wurden auf einer Wickelmaschine in Rotation versetzt und ganz mit Fäden bespult. Hierauf wurden sie herabgenommen und zum Trocknen auf ein geeignetes Regal gestellt. Die Trocknung erfolgte ziemlich rasch, da die Luft die Fäden von allen Seiten umspülen konnte. Der Querschnitt

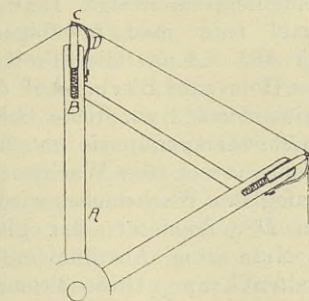


Fig. 46.

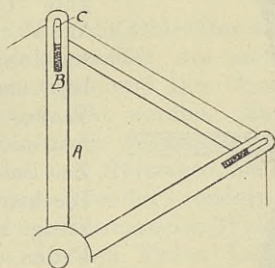


Fig. 47.

der Fäden war ein genau runder, da sie mit Ausnahme an den Speichen nirgends auflagen. Nach dem Trocknen wurden die Fäden zu je 200 Stück abgezählt und abgeschnitten. Da nun die festen Speichen nicht nachgaben, so geschah es sehr oft, dafs die Fäden beim Schwinden abplatzten. Der Verlust an Fäden war selbstverständlich ein sehr grosser. Um diesem Übelstand möglichst abzuhelpen, hat man dann die Speichen mit einer federnden Einrichtung versehen, wie es in Fig. 46 voranschaulicht ist. *A* ist die Speiche, welche eine Durchbohrung besitzt, in welcher auf einer sehr schwachen und leicht zusammendrückbaren Feder *B*, der Holzkörper *C* lose eingefügt ist. Um ein Herausschleudern des Bolzens *C* beim Rotieren der Haspel zu verhindern, wird derselbe mittelst der Feder *D* festgeklummt, die das Bestreben hat, den Speichenkörper *C* auf die Feder zu pressen. Die Feder *B*

mufs nun so schwach sein, dafs die beim Schwinden der Fäden erzeugte Kraft den Speichenkörper *C* in die Durchbohrung hereinzudrücken vermag und so ein Reißen der Fäden ausgeschlossen wird. Eine ähnliche Konstruktion zeigt Fig. 47.

In neuerer Zeit verwendet man zum Aufspulen und Trocknen der Fäden meistens zylindrische Walzen oder Trommeln aus Holz oder Blech. Diese sind, um ein gutes Federn zu erreichen, mit einem elastischen Stoff überzogen. Als Bezug verwendet man mit Vorliebe Trikotstoff, Sammet usw. Als ganz ungeeignet hat sich Filz erwiesen, da dieser wohl

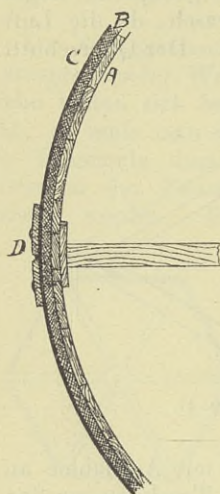


Fig. 48.

federt und das an den Fäden haftende Wasser leicht aufsaugt, dann aber mit der Zeit so feucht wird, dafs das Trocknen der Fäden nur langsam erfolgt. Eine sehr gute Trommel baut man in folgender Weise (Fig. 48). *A* ist die Trommelwandung aus Holz oder Blech. Auf diese legt man eine etwa 2 cm dicke Schicht Watte *B* und überspannt sie möglichst fest mit Glatze *C*. Zur Befestigung des Glatzes wird ein Blechstreifen *D* aufgenietet, der gleichzeitig eine Nute zum Abschneiden der Fäden enthalten kann. Diese Trommeln sind sehr leicht herzustellen, federn sehr gut und lassen sich sehr sauber durch bloßes Abseifen reinigen, während man bei Tuchtrommeln durch ein gründliches Bürsten die Reinigung vornehmen mufs.

Von großem Vorteil ist es, die Dimensionen dieser Trommeln so groß zu wählen, dafs sie noch gut handlich sind, aber auch gestatten, eine größere Zahl von Fäden aufzunehmen, um die Anzahl der für den Betrieb nötigen Trommeln möglichst zu reduzieren. Günstig sind folgende Verhältnisse: Durchmesser der Trommel 1 m, Länge 1,2 m. Bei einer Umdrehung der Trommel bekommt man also 3,14 m Faden aufgewickelt. Richtet man die Wickelmaschine so ein, dafs bei einer Umdrehung das Sieb mit den Fäden 3 mm weitertransportiert wird, so erhält man bei 1,2 m Länge der Trommel $3,14 \times 400 = 1256$ m Faden aufgehaspelt. Bei durchschnittlicher Länge von 400 mm Fadenlänge pro Kohle ergeben sich also $1256 \cdot 2,5 = 3140$ Fäden pro Trommel. Für stärkere

Fäden wählt man den Transport pro Umdrehung etwas größer, vielleicht zu 4—5 mm. Sind die Trommeln voll bespult, so läßt man sie am besten zur schnellen gleichmäßigen Trocknung weiter rotieren. Etwa noch anhaftende Wassertröpfchen werden hierdurch abgeschleudert, und man erzielt ein völliges Trocknen in sehr kurzer Zeit. So rechnet man z. B. für Düsen von

0,25—0,45 mm	1 Stunde,
0,50—0,75 mm	2 Stunden,
0,80—1,00 mm	3 ¹ / ₂ Stunden usw.

Nach dieser Zeit können die Fäden abgeschnitten und die freigewordenen Trommeln wieder neu bewickelt werden. Sie bleiben immer auf den Maschinen; eine Anlage von 8—9 derartiger Maschinen genügt für eine Tagesproduktion von 45—50 000 Fäden.

Unrationell und in mehrfacher Hinsicht schlechter arbeitet man, wenn man kleinere Trommeln verwendet, die nach dem Bewickeln von der Maschine abgenommen und zum Trocknen auf einem besonderen Gestell untergebracht werden. Es wird nicht allein durch das öftere Wechseln der Trommeln auf der Wickelmaschine und durch das Hin- und Hertragen nach den Gestellen unnütz viel Arbeitszeit verschwendet, sondern auch das Trocknen erfolgt in einer sehr unvollkommenen Weise und in bedeutend längerer Zeit. Die an den Fäden haftenden Wassertröpfchen perlen an der Fadenspirale langsam nach dem unteren Ende der Trommel herab und sammeln sich dort in größerer Menge an. An diesen Stellen werden die Fäden naturgemäß sehr weich bleiben und platzen dort gewöhnlich infolge der durch das Schwinden hervorgerufenen Zugkraft ab.

Beim Aufwickeln der Fäden zeigen sich nun auch die Vorteile, die das Spritzen in rotierende Gefäße bieten. Während es nicht möglich ist, auch bei Anwendung der größten manuellen Geschicklichkeit ein Sieb Fäden, die in feststehende Gefäße gespritzt worden sind, aufzuspulen, ohne daß der Faden öfters reißt, so erreicht man dies mit Leichtigkeit bei rotierend gepreßten Fäden. Diese werden infolge ihres flächenartigen Liegens durch das Wasser und die anderen Verfahren in keine wesentliche Unordnung gebracht, können sich also während des ziemlich schnellen Aufspulens nicht verschlingen.

Kommt es einmal vor, daß der Faden reißt, so steckt man am besten das Ende des Fadens mit einer Stecknadel

auf der Trommel fest derart, daß bei der eintretenden Trocknung und Schwindung der Faden noch festgehalten wird. Ebenso verfährt man mit dem Anfang. Bei Verwendung von Trommeln mit Wachstuchüberzug klebt man die abgerissenen Enden am besten mit Streifen gummierten Papiers fest. Streng sollten Knoten vermieden werden, da sie infolge der Anhäufung von Fäden naturgemäß länger als der freiliegende Faden feucht und weich bleiben und dort regelmäÙig durchreißen.

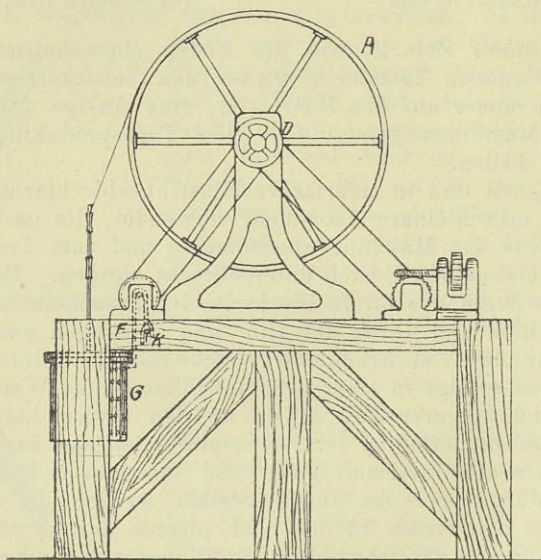


Fig. 49.

Zu bemerken ist noch, daß Fäden, die aus Eisessigkollodium mit einem Zusatz von Gelatine hergestellt worden sind, vor dem Aufwickeln unbedingt noch eine Zeitlang, vielleicht zwei Stunden, in etwa 70 %igen Alkohol gebracht werden müssen, da sie sich sonst flach legen. Der Alkohol verdrängt das im Faden befindliche Wasser, macht ihn härter und fester und veranlaßt so das Rundbleiben des Fadens, zumal der Alkohol sehr rasch verdampft. Dieses Hilfsmittels kann man sich übrigens auch beim Aufwickeln sehr feiner Fäden bedienen, um diese unempfindlicher gegen das Reißen zu machen.

Die zur Verwendung kommenden Wickelmaschinen und die zu denselben gehörenden Apparate sind von sehr einfacher Natur und bestehen im allgemeinen aus:

1. der Trommel oder Walze,
2. dem Gestell mit Welle und Antriebvorrichtung,
3. der Aufhängevorrichtung für den Fädenbehälter,
4. der Transportschraube und Führung für die Fäden,
5. dem Motor.

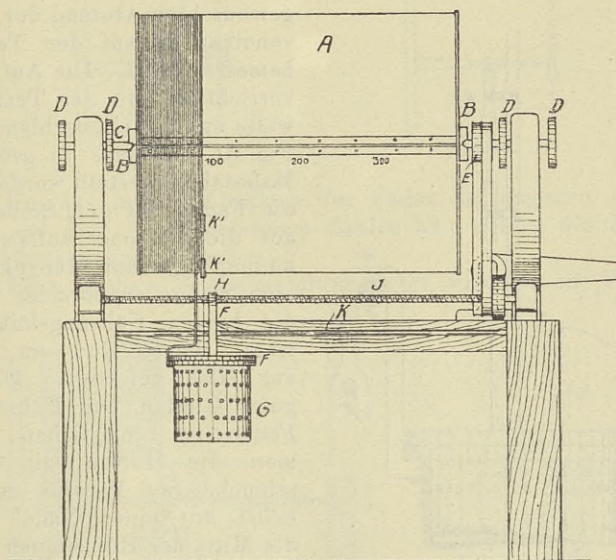


Fig. 50.

Im folgenden sollen einige der gebräuchlichsten Arten schematisch dargestellt und beschrieben werden.

Die Fig. 49 und 50 zeigt eine Aufwickelmaschine, in Vorder- und Seitenansicht, wie sie von vielen größeren Glühlampenfabriken, z. B. der Allgemeinen Elektrizitätsgesellschaft, Berlin, verwendet wird. *A* ist eine runde Holztrommel, die mit Watte und Wachtuch belegt ist. *B* sind an die Trommel angeschraubte Metallplatten, in deren konische Vertiefungen die konisch zugespitzten Enden der Wellen *C* eingreifen. Durch die Räder *D* können diese Wellen fest gegen die Scheiben *B* geschraubt werden, so daß nun die Trommel *A* in dem durch die Scheiben *B*

und die Wellen *C* gebildeten Lagern rotieren kann. Auf *C* ist noch die Riemenscheibe *E* befestigt. *F* ist die Aufhängevorrichtung für das Fadensieb *G*, welche mit dem Bügel *H* über die Transportwelle *J* und die Führungsstange *K* gelegt ist. Beim Rotieren der Scheibe *E* wird die Scheibe *L* durch einen Riemen in Drehung versetzt, somit auch die Transportwelle *J*. Da das Gewinde der Transportwelle *J* in das Gewinde der Aufhängevorrichtung eingreift, so erfolgt nun eine langsame Fortbewegung des Fadensiebes *G*, die nach dem

gewünschten Abstand der Fäden voneinander auf der Trommel bemessen wird. Die Aufhängevorrichtung mit der Transportwelle und der Gleitschiene ist in Fig. 51 nochmals in größerem Maßstab dargestellt worden. Um die Fäden aus dem Siebe straff auf die Trommel aufspulen zu können, ist am Hängekorb *F* eine Stange angebracht, welche die beiden Führungshülsen *K* trägt. Diese sind am besten aus Glas gefertigt. Um ein gutes Gleiten und Führen der Fäden zu ermöglichen, gießt man die Hülsen mit schwer schmelzbarem Paraffin aus und bohrt mit einer Nadel durch die Mitte der Hülse einen Kanal von etwa einem Millimeter Durchmesser. Das Paraffin ist

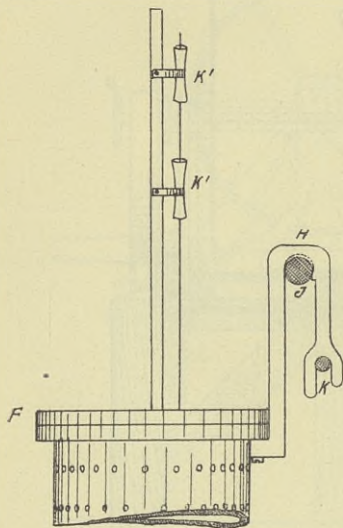


Fig. 51.

als Gleitmaterial zu diesem Zweck ganz ausgezeichnet, da die Adhäsion des nassen Fadens auf demselben gerade nur so groß ist, daß der Faden straff aufgewickelt wird, ohne zum Abreißen desselben infolge der ziemlich großen Aufspulgeschwindigkeit Veranlassung zu geben. Um das Schleudern des Fadens möglichst zu verringern und ein gleichmäßiges Liegen auf der Trommel zu bewerkstelligen, muß die oberste Führung ziemlich dicht am Umfang der Trommel stehen.

Vielfach werden auch Führungen verwendet, die aus einfachen, aus Glasstäben oder Glasröhrchen hergestellten Ösen bestehen, wie in Fig. 52 und 53 dargestellt ist. Führungen,

die mit Schwamm oder einem filzartigen Stoff ausgekleidet sind, können ebenfalls zur Anwendung kommen und bieten zugleich den Vorteil, daß der größte Teil der am Faden haftenden Wassertröpfchen weggesaugt wird.

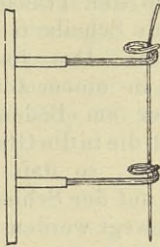


Fig. 52.

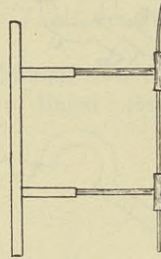


Fig. 53.

Um das lästige Abzählen der Fäden zu umgehen, bringt man auf dem Abschneideblech Zahlen an, welche die Anzahl der Umdrehungen angeben.

Eine weitere Wickelmaschine zeigt Fig. 54 in Vorder-

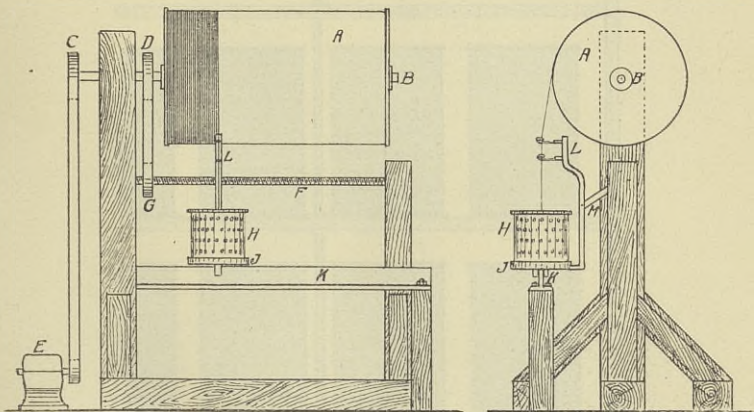


Fig. 54.

ansicht und Seitenansicht. Die Wickelmaschine ist so eingerichtet, daß die Walze *A* nach dem Bespulen von der Maschine abgenommen und eine neue Walze auf die Welle *B* geschoben werden kann. Die Trommel *A* wird vermittelst eines Keiles oder ähnlicher Vorrichtungen fest mit der Welle

B verbunden. Auf der Welle *B* sind zwei Seilscheiben *C* und *D* befestigt. Durch *C* und den Motor *E* wird die Welle *B* und die Trommel *A* in Rotation versetzt, und durch *D* wird die auf der Transportwelle *F* sitzende Scheibe *G* in Drehung versetzt. Das Fadensieb *H* steht in einem Blechteller *J*, welcher am Boden eine Nut besitzt, die in die Gleitschiene *K* eingreift, so daß der Teller leicht auf der Schiene hin und her bewegt werden kann. Der Teller *J* ist einerseits mit einer Stange *L* fest verbunden, welche die Führungen für die Fäden trägt, andererseits mit der an der Stange beweglich angebrachten Transportvorrichtung *M*. Die Transportvorrichtung

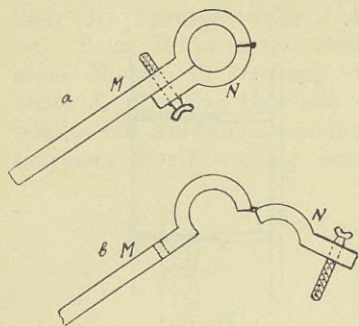


Fig. 55.

trägt, andererseits mit der an der Stange beweglich angebrachten Transportvorrichtung *M*. Die Transportvorrichtung

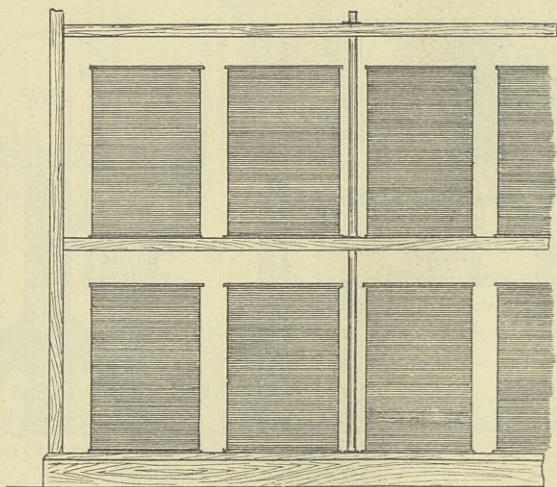


Fig. 56.

M ist in Fig. 55 nochmals größer gezeichnet. Sie besteht aus Messing und ist im Scharnierkörper *N* mit demselben Gewinde versehen wie die Transportwelle *F*. Die Vorrichtung

wird im offenen Zustand (Fig. 55 b) auf die Welle F aufgelegt und dann mittelst einer Flügelschraube geschlossen. (Fig. 55 b.) Bei der Rotation der Maschine wird die Transportwelle F in Drehung versetzt und hierdurch vermittelt der Vorrichtung M der auf der Schiene K gleitende Teller J mit dem Fadensieb H langsam fortbewegt.

Die bespulten Trommeln werden hierauf von der Maschine genommen und auf einem geeigneten Regal zum Trocknen aufgestellt. (Fig. 56.)

IX. Das Abschneiden und Messen der Fäden.

Die lufttrockenen Fäden werden von den Trommeln abgeschnitten. Je nach der Art des späteren Biegens verfährt man hier auch in verschiedener Weise; entweder schneidet man die Fäden direkt auf der Trommel an der im erwähnten Blechstreifen befindlichen Nute durch und erhält so die Fäden mit der ganzen Umfanglänge der Trommel, oder man wickelt sie von der Trommel wieder auf eine besondere Walze (Fig. 57) aus hartem Holz ab, deren Durchmesser so gewählt ist, daß der Umfang die gewünschte Fadenlänge ergibt. Ge-

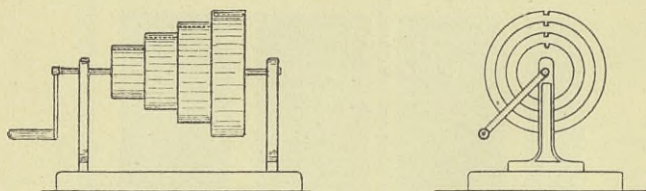


Fig. 57.

wöhnlich benutzt man hierzu eine Walze, die aus verschiedenen Teilen zusammengesetzt ist, damit man die verschiedenen Längen für bestimmte Lampensorten auf derselben Walze abschneiden kann. Der Apparat trägt an den einzelnen Scheiben ebenfalls Abschneidenuten und wird am besten mit einem Zählwerk versehen, um die gewünschte Anzahl Fäden pro Bündel genau feststellen zu können.

Die Anzahl der Fäden pro Bündel richtet sich nach dem Fadendurchmesser und nach der Art des Biegens. Es ist praktisch und sehr zeitsparend, möglichst viel Fäden auf einmal biegen zu können. Dies ist aber um so schwerer möglich, je größer der Durchmesser der Fäden wird. Im all-

gemeinen bedient man sich etwa folgender Zahlen, die ein leichtes und sauberes Biegen gestatten:

Für Düsen	0,25—0,40 mm	400—300 Fäden pro Bündel
" "	0,45—0,55 "	200—100 " " "
" "	0,70—0,85 "	100—75 " " "
" "	0,90—1,00 "	50 " " "
" stärkere Düsen	25—10	" " "

Nach dem Abschneiden werden die Fäden zum Bündel gebunden und mit einem Zettel versehen, der das Datum und den Düsendurchmesser erhält. Sie kommen nun zum Messen oder Kontrollieren. Manche Fabriken unterlassen das Kontrollieren und verlassen sich ganz auf die sorgfältige Her-

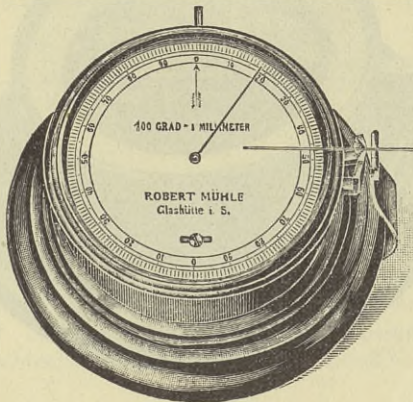


Fig. 58.

stellung der Spritzmasse, Auswahl der Düsen und Regulierung des Druckes beim Spritzen. Es sei aber darauf hingewiesen, daß, abgesehen von der absoluten Zuverlässigkeit der Arbeiter, doch so ungeeignete Fäden mit in die weitere Fabrikation schlüpfen können. Staubteilchen z. B., die sich in der Düsenkapillare festsetzen und nicht gleich bemerkt werden, verursachen, daß die Fäden ungleich im Querschnitt werden und Risse oder Längsriefen erhalten. Fehlerhaftes Behandeln, z. B. Drücken der Fäden während des Waschens und Aufwickelns zeigt sich in entstandenen Einschnürungen und flachen Stellen. Um derartige Fäden zu entfernen, ist es unbedingt nötig für einen geordneten Betrieb, die Fäden zu messen.

Dies geschieht am besten mittelst der abgebildeten Fadenmikrometer, welche vollkommen genügend sind, wenn 1 mm in 100 Teile geteilt ist. Um die schnelle Abnutzung der Meßzangen durch die Kohlenfäden zu verringern (sie werden auch verwendet zum Messen der Kohlen), sind in dieselben Steine (Achat oder Saphir) gefaßt. Sehr zweckentsprechend ist es auch, wenn das Mikrometer eine Auflage für die zu messenden Fäden besitzt (Fig. 58 und 59), um das Messen möglichst bequem und sicher zu gestalten.

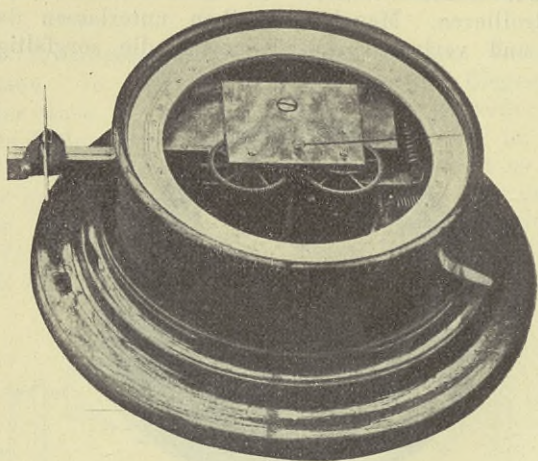


Fig. 59.

Zum Messen nimmt man aus jedem Bündel 3—4 Fäden, zieht die Fäden durch das Mikrometer und schreibt die erhaltene Zahl auf den Zettel des Bündels. Ergeben sich beim Messen größere Ungleichheiten, als sie praktisch zulässig sind, so wird das beanstandete Bündel von der weiteren Fabrikation ausgeschlossen, da es zu kostspielig wäre, die sämtlichen Fäden dieses Bündels nachzumessen, um die darin befindlichen brauchbaren auszusortieren.

Um einen Überblick über die Tagesproduktion und über die Dimensionen der Fäden zu gewinnen, legt man sich am besten ein Buch an, welches etwa folgendes Schema enthält:

Da- tum	Düse	Durch- messer der Fäden in mm	Anzahl der Bündel	Anzahl der Fäden			Sonstige Bemer- kungen
				gut	schlecht	Summa	
10. 4. 06.	40	0,13—0,14	60 zu 300	17 700	300	18 000	100 000 dringend nötig, davon 62 000 fertig.
	50	0,17—0,175	52 zu 200	10 000	400	10 400	
	55	0,19—0,20	70 zu 100	7 000	—	7 000	
	70	0,23—0,24	68 zu 100	6 800	—	6 800	
	85	0,28—0,30	55 zu 75	3 750	375	4 125	Fallen sehr un- gleich aus und besitzen flache Druckstellen.
				45 250	1 075	46 325	

Auf diese Weise kann man sich mit einem Blick schnell orientieren über die geleistete Tagesarbeit, ob die hergestellten Fäden gut ausfallen im Durchmesser, ob genügend Sorgfalt bei der Fabrikation verwendet worden ist (wenig Ausschufs), und ob endlich die Bestellungen auf bestimmte Fadensorten erledigt sind oder nicht. Hierbei sei bemerkt, daß der Ausfall an schlechten Fäden niemals 2—3 % überschreiten sollte.

Der Durchmesser des trockenen Fadens zu dem der verwendeten Düse richtet sich selbstverständlich nach der Konzentration der zur Verwendung gelangten Masse. Hat man z. B. Eisessigkollodiummasse 1 : 6 zum Pressen gebraucht, so verhält sich der Durchmesser des trockenen Fadens zu dem der Düse genau wie 1 : 3. Ein Faden aus der Düse 0,60 mm wird also im trockenen Zustand 0,20 mm im Durchmesser sein.

Beim Karbonisieren schwindet dann dieser Faden nochmals, und zwar hat der Verfasser folgendes Verhältnis festgestellt:

Sei d der Durchmesser des trockenen Fadens und d^1 der Durchmesser der Kohle, so ist $d^1 = \frac{d}{1,58}$, der Faden von 0,20 mm Durchmesser schwindet also zu dem Durchmesser 0,126.

In diesem speziellen Fall ergeben sich also folgende Resultate:

Düse	= 0,60 mm,
trockener Faden =	0,20 mm,
Kohle	= 0,126 mm.

Dieselben Schwindungsverhältnisse treten selbstverständlich auch bei jeder beliebigen anderen Düsendimension ein.

Die hergestellten Fäden sollen glasartig durchsichtig oder durchscheinend sein und sind vollkommen strukturlos. Die Zugfestigkeit guter Fäden ist bedeutend: Fäden mittlerer Stärke lassen sich nur mit Anstrengung zerreißen. Gut denitrierte Nitrozellulosefäden sollen angezündet ohne Knistern verbrennen und bei wagerechter Haltung des brennenden Fadens sehr bald verlöschen. Der Wassergehalt lufttrockner Fäden beträgt im allgemeinen 10—11 %.

X. Das Biegen und Vorbereiten der Fäden zum Karbonisieren.

Die Fäden sind nun in die endgültige Form, welche die späteren Kohlen erhalten sollen, zu bringen. In Fig. 60 sind die am meisten in der Fabrikation verwendeten Kohlenformen veranschaulicht.

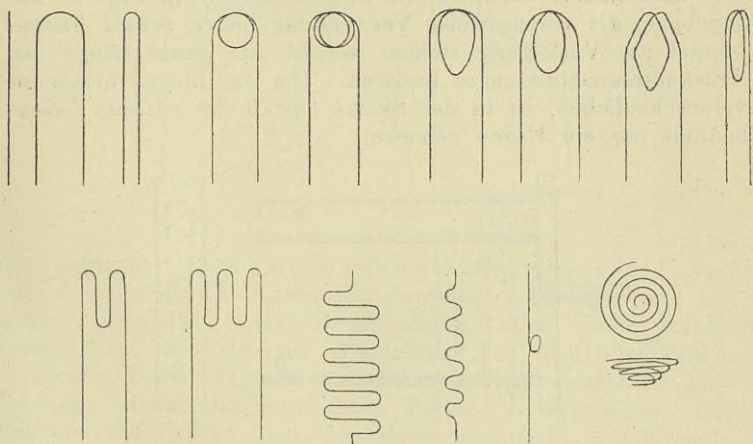


Fig. 60.

Das Biegen der Fäden selbst geschieht in sehr einfacher Weise. Fig. 61 zeigt einen, „Dorn“ genannten, Messingkörper *A*, der die gewünschte Form und den gewünschten Durchmesser besitzt. Dieser Dorn ist mittelst des Eisenträgers *B* am Arbeitstisch befestigt und wird durch einen kleinen Bunsenbrenner *C* auf ca. 125—130° erhitzt. Das Fadenbündel wird

nun bandförmig je nach der Anzahl der Spiralen ein oder mehrere Male um den Dorn gelegt, fest angepreßt und eine kurze Zeit so gehalten. Infolge der Erhitzung bleibt das Bündel nach dem Abziehen vom Dorn in seiner Form, die ihm durch das Biegen gegeben worden ist.

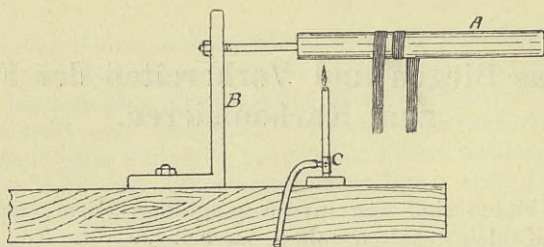


Fig. 61.

Eine andere Methode des Biegens ist die in Fig. 62 angegebene, die vorzugsweise Verwendung findet, sobald Fadenbündel zur Verfügung stehen, welche die ganze Länge des Trockentrommelumfanges besitzen. Um das Biegen besser zu veranschaulichen, ist in der Skizze anstatt des ganzen Fadenbündels nur ein Faden gebogen.

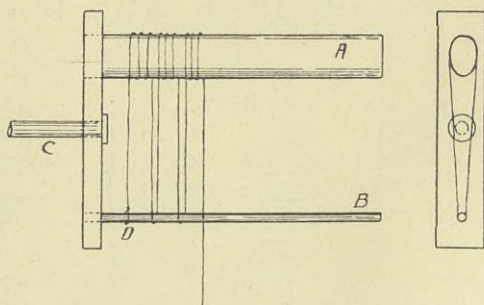


Fig. 62.

Der Anfang des Fadens wird bei D auf irgend eine Weise, sei es durch Anbinden, Anklammern oder Ankitten an dem Biegestift B befestigt. Dieser besteht, wie der ganze Biegeapparat, aus Messing und hat einen Durchmesser von 2—3 mm. A ist der Dorn, der die gewünschte Form für die Fadenspirale besitzt. Die Entfernung von A und B richtet

sich nach der Schenkellänge der Kohle, wobei man das Schwindmaß des Fadens beim Karbonisieren zu berücksichtigen hat. Der Apparat ist zur besseren Handhabung mittelst des Stiftes *C* drehbar an einem Gestell befestigt. Der Faden wird nun von *D* aus fest um den Dorn gelegt; das Ende wird ebenso wie der Anfang angebunden usw. Die bewickelte Vorrichtung bringt man hierauf in einen Ofen, der auf ca. 130° C erhitzt wird. Nach einiger Zeit, die genügend lang sein muß, um den Faden nach dem Abziehen vom Dorn in der gebogenen Form zu erhalten, wird der Apparat aus dem Ofen genommen und die Bündel an den Schenkelenden, d. h. am Biegestift *B* durchgeschnitten. Auf diese Weise erhält man zu gleicher Zeit mehrere Bündel auf einer Form gebogen.

Die gebogenen Fadenbündel werden hierauf auf die Glüh-

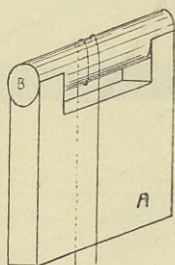


Fig. 63.

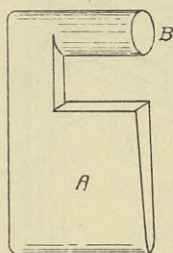


Fig. 64.

form gebracht. Diese Formen sollen das Deformieren der Fadenbündel während des Karbonisierungsprozesses verhindern und bestehen gewöhnlich aus Retortenkohle oder einer Kohlekomposition, wie sie zur Herstellung von Bogenlichtkohlen verwendet wird. Fig. 63 und 64 zeigt die einfachste Ausführung. *A* ist die sogenannte Platte, *B* der Kern. Die Fadenbündel werden über den Kern geschoben, der Kern in die passenden Ausschnitte der Platte *A* gelegt und mit dieser nun mit Eisendraht oder dergleichen fest und unverschiebbar verbunden. Die Schenkel der Fadenbündel klebt man am besten noch mit Paraffin oder Wachs an der Platte fest. Da ebenso wie die Fäden natürlich auch die Fadenspiralen beim Karbonisieren ganz beträchtlich schwinden, so würden die Spiralen infolge der durch das Schwinden hervorgerufenen Zerrung zersprengt werden, oder, wenn sie gerade noch imstande sind, diesem Druck Widerstand zu leisten, in der

Spirale im Durchmesser dünner ausfallen als in den Schenkeln. Um dies zu vermeiden, muß man den Kern um 2—3 mm im Durchmesser dünner wählen als den Durchmesser der Fadenspirale.

In der englischen Glühlampenfabrik von Swan hat man diesen Übelstand durch folgende Anordnung zu vermeiden versucht (Fig. 65). Der Kern besteht aus zwei Teilen, die zusammenpassende Durchbohrungen, *C*, enthalten. In diese Durchbohrungen werden Holzstäbchen mit nur wenig geringerem Durchmesser eingeschoben, so daß die beiden Teile mühelos zusammengeschoben werden können.

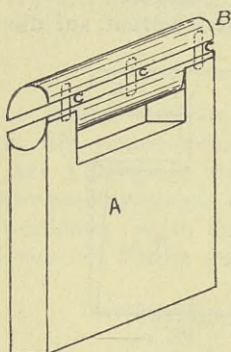


Fig. 65.

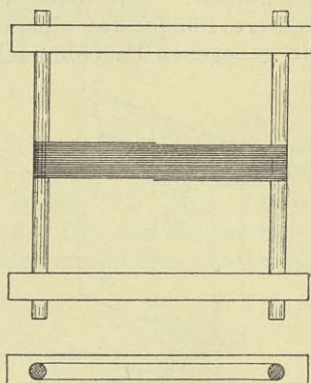


Fig. 66.

Beim Karbonisieren schwinden nun diese Holzstäbchen annähernd in demselben Verhältnis wie die Fadenspiralen, wodurch ein Zerreißen derselben vermieden wird.

Vincent Morgan Hobby¹⁾, New-York, vermied das Zerreißen bügelförmiger Kohlen beim Karbonisieren dadurch, daß er sich einen Rahmen herstellte, der aus zwei Querleisten aus weichem Holz und zwei in die Enden dieser eingelassenen Kohlenstäben besteht. Die Fäden werden straff um die Kohlenstäbe gewickelt und behalten dann nach dem Glühen ihr natürliches Gefüge, große Dichtigkeit und Elastizität (Fig. 66).

Zur Herstellung von Bügelnkohlen verwendet man jetzt ein-

¹⁾ D.R.P. 58 296 vom 2. September 1890.

fache kreisförmig abgerundete Kohlenplatten, legt die Fäden darüber und kittet die Schenkel mit Paraffin oder Wachs an die Platten an. Um das Deformieren noch besser zu vermeiden, kann man die Schenkel noch mehrere Male in geeigneter Weise mit Schnur oder dergleichen umbinden.

Ebensogut ist die in Fig. 67 angedeutete Anordnung.

A ist der Kohlekörper und *B* eine Rundkohle. Beide sind mit runden Stäbchen aus weichem Holz miteinander verbunden derart, daß diese Stäbchen in entsprechende Bohrungen in den Körpern *A* und *B* eingelassen sind. Beim Karbonisieren schwinden diese Stäbchen ziemlich gleichmäßig mit den Fäden und verhindern so das Dehnen und Zerreißen derselben.

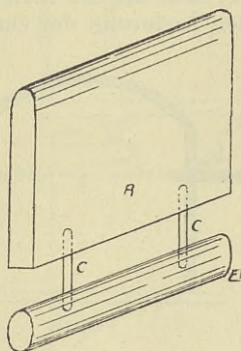


Fig. 67.

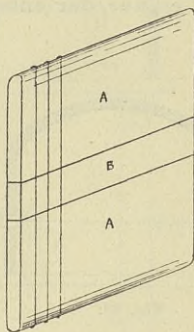


Fig. 68.

In Fig. 68 sind *A* die beiden Graphitkörper für Bügelkohlen, die durch den Holzkörper *B* getrennt sind. Alle drei werden in ähnlicher Weise wie in Fig. 67 durch Holzstiftchen und Bohrungen fest verbunden und die Fäden darüber gewickelt. Man erhält hier durch Durchschneiden der Kohlen in der Mitte zwei Bügelkohlen.

C. H. Stearn¹⁾ in London karbonisierte die Fäden im geraden Zustande und brachte die Kohle erst nachher in die gewünschte Form. Er ging dabei von dem Gedanken aus, daß die Kohle in der Weißglut zähflüssig oder plastisch wird, sich in diesem Zustande biegen läßt und nach dem Erkalten die eingenommene Form beibehält. Er bedient sich dabei

¹⁾ D.R.P. 29 973 vom 29. Februar 1884.

ähnlicher Apparate, wie sie später beim Präparieren der Kohlen Anwendung finden.

In Fig. 69 wird die Herstellung hufeisenförmiger Kohlen veranschaulicht. Die gerade Kohle wird im Vakuum oder in einer sie nicht chemisch beeinflussenden Atmosphäre durch den elektrischen Strom zur Weißglut erhitzt; unterdessen werden ihre Enden mittelst einer Schraube einander langsam näher gebracht.

Denselben Zweck erreicht Stearn auch, indem er die zu biegenden geraden Kohlen in geeigneter Weise mit einem Gewicht beschwert und gleichzeitig die Enden der Kohle mit Hilfe von Schrauben entsprechend zusammenbringt (Fig. 70).

Handelt es sich um andere Formen, als die Hufeisenform, so bedarf es nur der entsprechenden Änderung der zum Biegen

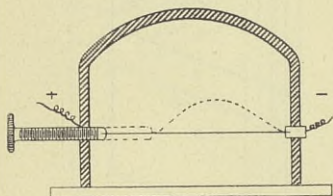


Fig. 69.

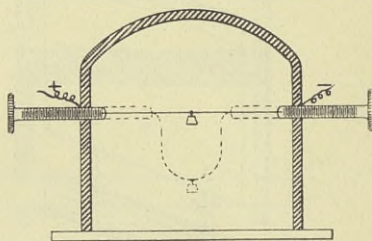


Fig. 70.

der Kohlen benutzten Hilfsmittel. So zeigt die Fig. 71 wie z. B. einer geraden Kohle eine spiralförmige Biegung erteilt werden kann. Hier ist das eine Ende der Kohle festgehalten und das andere Ende mit einem Kurbelarm verbunden, welcher, nachdem die Kohle zur Weißglut erhitzt worden ist, gedreht wird und die Spiralform erzeugt, wobei ein passend angeordnetes Blättchen *i* aus Schiefer, Glimmer oder anderem nicht leitenden Material eine Berührung der Windungsteile der Kohle verhütet.

Nach dem in dieser Weise erfolgten Biegen empfiehlt es sich, die Kohlen wieder in einer Kohlenwasserstoffatmosphäre elektrisch zu erhitzen, um etwa entstandene dünnere Stellen durch Ablagerung von Kohlenstoff auszugleichen. Dieser Egalisierungsprozesses kann ebenfalls schon während des Biegens stattfinden, sofern man nicht im Vakuum, sondern in einem mit geeigneten Kohlenwasserstoffen angefüllten Raum arbeitet.

Wenngleich es möglich ist, auf Weißglut erhitzte Kohle dauernd in eine bestimmte Form zu biegen, so ist dieses Verfahren wohl kaum in größerem Maßstabe in der Praxis verwendet worden. Abgesehen davon, daß immer in einem Apparat nur eine Kohle gebogen werden kann und diese Arbeit dadurch ungemein viel Zeit beansprucht und sehr teuer wird, ist es sicher nicht möglich, bei der Herstellung der

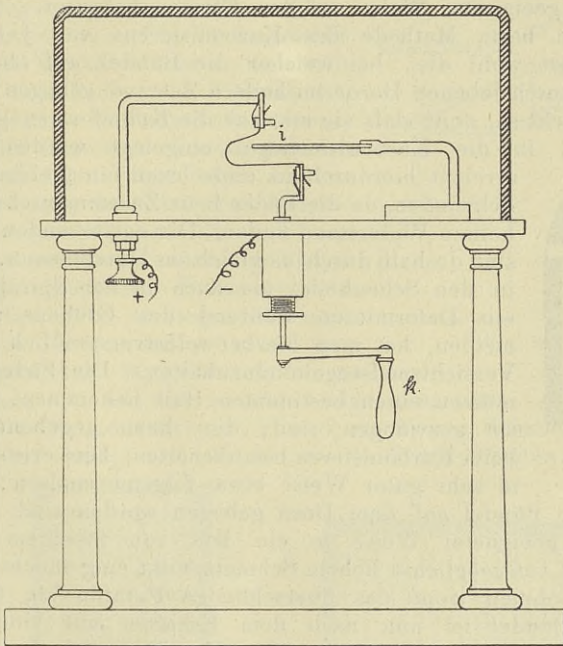


Fig. 71.

Spiralförmig immer ein und denselben Schleifendurchmesser zu erzielen, da die Erreichung desselben von dem Grade der Erweichung, also von der Erhitzung der Kohle und von der Drehgeschwindigkeit der Kurbel *k* abhängig ist. Da es aber für die heutigen Ansprüche unbedingt nötig ist, den Kohlen für eine bestimmte Bestellung und Lampensorte einen gleichen Schleifendurchmesser und gleiche Schenkellänge zu geben, so dürfte dieses Verfahren ohne Bedeutung sein.

Um die unangenehmen Folgen des Schwindens der Fäden beim Karbonisieren möglichst zu vermeiden, zumal bei Spiralkohlen, verfährt man neuerdings auch so, daß die Fadenbündel im geraden Zustand langsam und vorsichtig, am besten unter Luftabschluß, auf ca. 250—300° erhitzt werden. Hierbei machen die Fäden schon einen sehr großen Teil des Schwindprozesses durch, werden dabei schwarzbraun, behalten aber ihre große Elastizität. Diese Fadenbündel werden gebogen und in geeigneter Weise auf den Formen befestigt.

Die beste Methode des Karbonisierens von gebogenen Fäden ist wohl die, bei welcher die Bündel auf einem der früher beschriebenen Dorne im heißen Zustand gebogen werden und direkt so, ohne daß sie erst auf die Kohleformen gebracht werden, in die Karbonisiertiegel eingelegt werden. Man

erreicht hierdurch am einfachsten ein gleichmäßiges Schwinden, da die Fäden beim Zusammenschrumpfen keinen Widerstand finden. Die entstehenden Kohlen sind deshalb durchaus gleich im Durchmesser, sowohl in den Schenkeln, als auch in der Spirale. Um ein Deformieren während des Glühens zu vermeiden, hat man hierbei selbstverständlich gewisse Vorsichtsmaßregeln einzuhalten. Die Fadenbündel müssen einen bestimmten Halt bekommen, so daß sie gezwungen sind, die ihnen gegebene Form beim Karbonisieren beizubehalten. Dies erreicht man

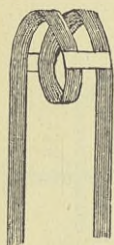


Fig. 72.

in sehr guter Weise etwa folgendermaßen: Nachdem die Bündel auf dem Dorn gebogen worden sind, werden sie in geeigneter Weise in ein Bad von flüssigem reinen Paraffin von möglichst hohem Schmelzpunkt eingetaucht. Beim Herausnehmen tropft das überschüssige Paraffin ab, und das ganze Bündel ist nun nach dem Erkalten mit einer etwa $\frac{1}{2}$ —1 mm dicken Schicht von Paraffin ringsum bedeckt. Um das Zusammenlegen der Schenkel mit der Spirale zu verhüten, klebt man vorteilhafterweise Streifen ungeleimten Papiers an, wie es in Fig. 72 veranschaulicht ist. So vorbereitet kommen sie in die Karbonisiertiegel.

Die für den Glühprozess notwendigen Tiegel wurden früher in den Glühlampenfabriken selbst hergestellt; jetzt aber bezieht man wohl dieselben fast allgemein von Kunstkohlefabriken, da diese in der Lage sind, ein sehr festes, feuerbeständiges und gleichmäßiges Material zu liefern. Die Graphitkästen haben gewöhnlich die in Fig. 73 angegebene Form und bestehen aus

einer Mischung von hochfeuerfestem Ton, am besten eisen- und kalkarm, und Graphit. Gute Tiegel sollen mindestens 5 bis 6 Chargen aushalten. Auch runde Tiegel sind noch im Gebrauch, aber nicht empfehlenswert, da das Fassungsvermögen derselben zu gering ist und ein rationelles Einschichten der Fädenbündel oder Graphitplatten nicht erreicht werden kann.

Hat man die Fadenbündel auf Kohlenplatten befestigt, so werden diese lagenweise in die Kästen eingesetzt, wie es in Fig. 74 dargestellt ist. Man verfährt dabei so, daß man zuerst den Boden des Tiegels mit einer Schicht Kohlenpulver bedeckt, dann die Platten so einsetzt, daß die Spiralen oder Bügel oben stehen. Die zwischen den Platten entstehenden Zwischenräume füllt man mit Kohlenstaub aus, rammt den Tiegel kräftig, damit die Kohlenteilchen möglichst dicht zu liegen kommen, um die Menge der zwischen den Kohlenteilchen lagernden Luft zu vermindern. Ist die unterste Lage eingesetzt, so bedeckt

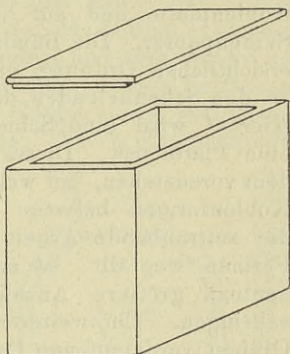


Fig. 73.

man die Platten mit einer $1\frac{1}{2}$ —2 cm dicken Schicht Kohlenstaub und bringt auf sie die zweite Partie Platten usw., bis

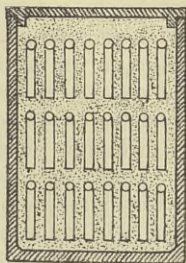


Fig. 74.

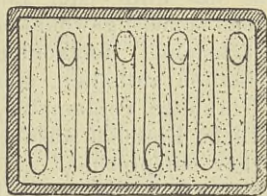


Fig. 75.

der Tiegel ausgefüllt ist. Die oberste Schicht Platten wird am besten mit einer Schicht von Kohlenstaub abgedeckt, die mindestens 4 cm hoch sein soll, da es auch beim sorgfältigsten Abschluß der Kästen mit dem Deckel zu leicht vorkommt, daß ein Teil dieser Schicht Kohlestaub verbrannt wird. Nach dem Füllen wird der Kasten mit dem gut passenden Deckel

aus gleichem Material verschlossen, wobei es ratsam ist, die Fugen mit Lehm oder Zement zu verschmieren.

Sind die Fadenbündel nach dem Biegen in der vorher beschriebenen Weise mit Paraffin überzogen worden, so legt man dieselben etwa in der folgenden Art in die Kästen (Fig. 75):

Auf dem Boden des Tiegels liegt eine etwa 3 mm dicke Kohlenplatte und auf dieser wieder ein gleich großes Stück Seidenpapier. Die Bündel werden nun in der, aus der Skizze ersichtlichen Ordnung eingelegt, so, daß immer eine Spirale an den Schenkelenden des nebenliegenden Fadenbündels liegt. Hierauf wird eine Schicht Kohlenstaub gelegt, dann wieder eine Platte usw. Dieses Einpacken ist in mehrfacher Hinsicht dem vorzuziehen, bei welchem die Fadenbündel auf besonderen Kohlenformen befestigt sind. Abgesehen davon, daß hierbei die zeitraubende Arbeit des Aufbindens der Bündel auf die Formen wegfällt, ist man hier in der Lage, eine ganz bedeutend größere Anzahl Kohlen in einem Tiegel unterzubringen. Ein weiterer Vorteil besteht darin, daß das beim Glühen verdampfende Paraffin die Fäden vor dem Verbrennen schützt. Bei unzuverlässigem Arbeiten ist es freilich möglich, daß sich hin und wieder einige Fadenbündel beim Karbonisieren deformieren, zumal wenn die einzelnen Schichten nicht fest und sicher aufeinander liegen. Dieser Fehler aber beruht meist nur auf zu loser Lagerung des Füllmaterials oder auf zu schnellem Glühen, läßt sich also leicht vermeiden.

Was das Füll- oder Einpackmaterial anbelangt, so verwendet man zumeist gewöhnliches Holzkohlenpulver mit möglichst wenig Rückstand. Holzkohlensorten, die viel Eisen und kiesel-saure Alkalien enthalten, sind zu verwerfen, da diese Körper in der Glühhitze verdampfen, sich an die Fäden ansetzen und so schädliche Einflüsse ausüben können. Derartige Materialien sind vorher entsprechend zu reinigen. Eisendämpfe rufen auf den Kohlen die bekannten Anlauffarben hervor, während kiesel-saure Alkalien und Erden sich in Form mikroskopischer Tröpfchen ablagern. Dies letztere tritt allerdings erst ein, wenn die Glühtemperatur eine sehr hohe war.

Um die zwischen den einzelnen Kohlenteilchen eingeschlossene Luft zu vertreiben und so eine Verbrennung der Fäden zu verhindern, ist es ratsam, unschädliche Substanzen in den Tiegel zu bringen, die beim Verdampfen die Luft verdrängen. So kann man z. B. auf den Boden des Tiegels mehrere

Stückchen Paraffin legen; ebenso gut ist das Befeuchten des am Boden des Tiegels befindlichen Kohlenpulvers mit Petroleum, Benzin, Vaselineöl oder anderen Kohlenwasserstoffen. In gleicher Weise sind auch anorganische Körper zu verwenden, die in der Hitze begierig Sauerstoff absorbieren. Natürlicherweise ist hier Bedingung, daß die entstandenen Oxyde bei der im Tiegel herrschenden Temperatur nicht flüchtig sind und sich an die Fäden anlagern können. Als sehr geeignet haben sich dünne Platten aus metallischem Magnesium oder Aluminium erwiesen, von denen eine Platte auf den Boden gelegt und vier weitere an die Wandungen der Tiegel gestellt werden. Dieses Verfahren schützt gleichzeitig das Verbrennen der Kohlen durch von außen eindringende Luft und Verbrennungsgase. Es ist eine bekannte

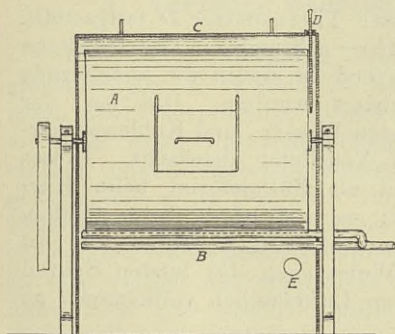


Fig. 76.

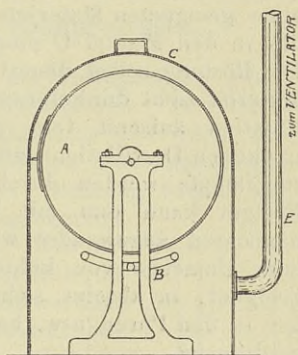


Fig. 77.

Tatsache, daß die Graphittiegel, auch wenn sie aus bestem Material hergestellt worden sind, in der Glühhitze porös und durchlässig für Gase werden. Wenngleich auch die eindringende heiße Luft usw. zuerst das Füllmaterial verbrennt, welches infolge seiner lockeren, porösen Beschaffenheit und seiner großen Oberfläche zuerst angegriffen wird, so ist es doch nicht absolut möglich, bei Weglassung derartiger Vorsichtsmaßregeln eine gewisse Verbrennung der kompakten Kohlenfäden ganz zu vermeiden. Ähnlich wie heiße Luft wirkt auch die in den Heizgasen in großer Menge befindliche Kohlensäure. Kohlensäure, die über glühende Kohle streicht, nimmt Kohlenstoff auf unter Bildung von zwei Molekülen Kohlenoxyd.

Sehr praktisch ist es, ein Füllmaterial anzuwenden, welches
Weber, Kohlenglühfäden.

beim Glühen selbst unschädliche Gase oder Kohlenwasserstoffe entwickelt. Als solches haben sich geröstete Sägespäne erwiesen oder noch besser Torf von guter Qualität, z. B. holländischer. Dieser wird zuerst in walnufsgroße Stücke zerrissen und hierauf in einer Mühle gemahlen. Das Mahlgut kommt nun in die in Fig. 76 und 77 angegebene Röstvorrichtung. *A* ist die Trommel, welche eine mit einem Schieber verdeckbare Einfüllöffnung besitzt. Die Trommel wird mittelst eines kleinen Motors in langsame Rotation versetzt und durch den dreiteiligen Gasbrenner *B* erhitzt. In diese Trommel wird das Röstgut gebracht. *C* ist ein Mantel aus starkem Eisenblech, der ein Abzugsrohr *E* trägt, welches mit einem Ventilator verbunden ist. Die notwendige Temperatur zur Erzielung eines geeigneten Materials beträgt ca. 300°C und wird durch das in den Mantel *C* eingesteckte Thermometer *D* festgestellt. Die Röstung selbst dauert ca. $2\frac{1}{2}$ —3 Stunden. Das erhaltene Material sieht dunkelbraun aus und ist durch die andauernde Rotation äußerst fein pulverisiert worden. Die bei der trockenen Destillation auftretenden Wasser- und Kohlenwasserstoffdämpfe werden durch den Ventilator abgesaugt. Dieses Röstgut kann nun mit Vorteil als Füllmaterial beim Karbonisieren angewendet werden; es entwickelt beim Glühen eine Unmenge von kohlenwasserstoffhaltigen Gasen und ist geeignet, in absolut sicherer Weise auch die letzten Spuren der in den Poren usw. haftenden Luftbläschen vollkommen zu verdrängen.

Einen gewissen Schutz der Kohlen vor dem Verbrennen vermag auch das Einwickeln der losen Bündel oder der Platten, auf welche die Bündel befestigt worden sind, in Seidenpapier zu bieten. In neuerer Zeit jedoch bedient man sich dieses Hilfsmittels kaum mehr.

Um der durch die Glühhitze expandierten Luft und den durch die trockene Destillation der Zellulosefäden entwickelten Gasen und Dämpfen den Austritt aus den verschlossenen Tiegeln zu gestatten, bringt man am besten in dem Deckel ein Loch an, in welches ein gut passendes Röhrchen aus Hartglas gesteckt wird. Dieses Röhrchen schmilzt dann, nachdem alle Gase usw. entwichen sind, zu und verhindert, daß beim Abkühlen der Tiegel Luft eindringt.

So vorbereitet sind die Graphitkästen fertig zum Karbonisieren.

XI. Der Glühprozess oder das Karbonisieren der Fäden.

A. Vorgänge während des Glühprozesses.

Eine der schwierigsten Arbeiten zur Fertigstellung guter, gleichmäßiger Rohkohlen ist das Karbonisieren. Der Fachmann kennt zur Genüge diese Schwierigkeiten und weiß, daß ein sonst wenig widerstandsfähiger Rohfaden durch geschicktes Glühen tadellos gemacht werden kann, während wieder umgekehrt ein guter Rohfaden durch ungeeignetes Glühen vollkommen unbrauchbar wird. Man hat es hier mit einem äußerst empfindlichen Material zu tun, welches ungemein dicht und fest werden, dabei aber eine ziemlich große Elastizität besitzen soll. Die Oberfläche der Fäden soll glatt und glänzend sein, der Querschnitt auf der ganzen Länge ein gleicher. Die Endtemperatur soll eine sehr hohe sein, die der Temperatur des Fadens während des Glühens in der Lampe möglichst nahe kommen oder dieselbe besser noch überschreiten soll. Um nun alle diese Bedingungen gewissenhaft zu erfüllen, muß das Karbonisieren recht langsam erfolgen, damit die Fäden langsam schwinden und sich in Kohle verwandeln können. Hierbei sei gleich bemerkt, daß die verschiedenen Rohfäden, wie sie nach verschiedenen Verfahren gewonnen werden, sich auch verschieden verhalten; die einen können schneller geglüht werden, ohne daß sich schlechte Eigenschaften bemerkbar machen, während die anderen ein schnelles Karbonisieren nicht vertragen. So können z. B. Chlorzinkfäden viel rascher fertig geglüht werden als Fäden, die nach dem Nitrozelluloseverfahren gewonnen sind, wahrscheinlich,

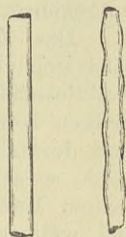


Fig. 78.

weil auch noch ganz geringe Reste von Nitrogruppen in letzteren bei raschem Erhitzen Veranlassung zur Zerstörung geben.

Die Fehler, die durch zu rasches Karbonisieren auftreten können, sind im allgemeinen etwa folgende:

1. Deformieren oder Verziehen der Fadenbündel;
2. Zusammenkleben der Fäden, so daß die einzelnen Fäden nicht mehr lose nebeneinander liegen, sondern fest zusammengekittet sind;
3. Rauwerden oder, wie der Fachausdruck heißt, „Aus-schlagen“ der Kohlen;
4. Morschwerden oder Sprödewerden, d. h. Verlieren jeglicher Elastizität.

Bei unrichtigem Glühen treten gewöhnlich diese genannten Fehler gemeinschaftlich auf; Kohlen, an denen sich diese Fehler zeigen, sind unbrauchbar.

Das Deformieren der Bündel, d. h. Verkrümmen oder Verziehen der Schenkel und Schleifen wird, wie erwähnt, hervorgerufen durch das zu schnelle Karbonisieren. Der Schwindprozeß ist zu lebhaft, und die Schenkel können sich, sobald das Füllmaterial ihnen nicht genügend Widerstand entgegensetzt, nach allen Richtungen verkrümmen.

Das Zusammenkleben der einzelnen Fäden im Bündel läßt sich ebenfalls sehr einfach erklären. Beim Erhitzen der Zellulosefäden unter Luftabschluß entstehen dieselben teerartigen Körper wie bei der trockenen Destillation von Holz und dergleichen. Bringt man nun die Temperatur sehr rasch hoch, so scheiden sich diese Substanzen sehr schnell in reichlichem Maße ab und setzen sich an die entstehenden Kohlen. Bei weiterer Steigerung der Hitze verdampft ein Teil dieser Körper, während ein anderer Teil Kohle ausscheidet, die nun das Zusammenkleben der einzelnen Fäden veranlaßt. Hingegen treten bei langsamer Steigerung der Temperatur diese teerartigen Körper allmählich aus und haben genügend Zeit, unzersetzt fortzuwandern.

Was das „Aus-schlagen“ der Kohlen anbelangt, so ist die Ursache das schnelle Verdampfen der im Innern der Fäden sich entwickelnden Gase. Die Oberfläche des Fadens ist schon zu Kohle und hart geworden, während der innere Teil sich noch weiter zersetzt. Der hierbei erzeugte Druck treibt die Kohle auf und ergibt dann ein Bild, wie es in Fig. 78 dargestellt ist. Allerdings tritt dieses Ausschlagen ebenfalls bei

Nitrozellulosefäden auch bei dem vorsichtigsten Karbonisieren auf, sofern nämlich die Fäden nicht bis auf den Kern denitriert worden sind. Die Nitrogruppenreste geben beim Erhitzen Veranlassung zu kleinen Explosionen im Innern des Fadens, die jedoch nicht die Kraft besitzen, den Faden zu zerreißen und nun ähnliche Aufblähungen bilden. Macht man einen mikroskopischen Schnitt durch die verdickten Stellen des Kohlenfadens, so findet man entweder einen kleinen Hohlraum oder ein schwammartiges Gefüge. Beim langsamen und vorsichtigen Karbonisieren dagegen geht die chemische Zersetzung

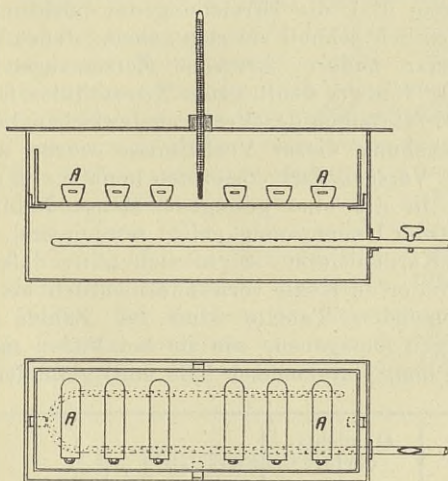


Fig. 79.

des Fadens sowohl an der Oberfläche als auch im Innern allmählich und zu gleicher Zeit vor sich, wodurch ein Aus schlagen der Kohlen vermieden wird.

Auch eine unausbleibliche Folge der zu schnell gesteigerten Temperatur ist die, daß die erhaltenen Kohlenfäden spröde, morsch oder brüchig werden. Es ist ohne weiteres klar, daß bei einer rapiden chemischen Zersetzung und Gasentwicklung der innere Zusammenhang der einzelnen Kohlenstoffteilchen stark gelockert wird. Während ein gut karbonisierter Faden in Schleifenform noch bis 0,28 mm Durchmesser sich ohne zu zerbrechen gerade strecken läßt, zerplatzen und zersplittern

schlechte Fäden bei diesem Versuch. Die Zugfestigkeit guter Kohlen ist eine sehr bedeutende, die je nach der erreichten Glühtemperatur schwanken kann.

Aus dem Mitgeteilten geht hervor, daß zur Erzielung brauchbarer Kohlen von bester Qualität der Glühprozeß sehr vorsichtig und entsprechend dem vorhandenen Material die Temperatur nur langsam gesteigert werden darf; d. h. die Temperatur, bei welcher die eigentliche Zersetzung und Umwandlung der Fäden in Kohle stattfindet, muß ziemlich lange gehalten und darf nur langsam überschritten werden. Ist man über diesen kritischen Punkt hinaus, so kann das Fertigkarbonisieren, d. i. die Erreichung der höchstmöglichen Temperatur, ziemlich schnell vor sich gehen. Jedes Material besitzt natürlich eine andere, kritische Zersetzungstemperatur; bei Verwendung von gut denitrierten Nitrozellulosefäden liegt diese nach den Erfahrungen des Verfassers zwischen 180 und 320° C. Zur Untersuchung dieser Verhältnisse wurde der in Fig. 79 angegebene Versuchskarbonisierofen benutzt. A sind Porzellanschiffchen, in die eine gewogene Menge Rohfäden von den verschiedensten Dimensionen gelegt worden sind. Bei dem sehr langsamen Karbonisieren zeigte sich nun, daß die dünneren Fäden schneller zu Kohle verwandelt wurden als die stärkeren. In der folgenden Tabelle sind die Zahlen und Farbenveränderungen angegeben, wie sie bei Fäden mittlerer Stärke (Düse 0,90 mm, Durchmesser 0,30 mm) gefunden wurden:

Temperatur Grad Celsius	Gewichts- verlust %	F a r b e	Durchmesser mm
50	8,1	keine Veränderung	0,30
75	9,4	keine Veränderung	0,29
100	10,2	hellgelb	0,28
125	10,8	hellgelb	0,28
150	11,5	dunkelgelb	0,27
175	14,3	hellbraun	0,255
200	25,5	dunkelbraun	0,24
225	38,1	schwarzbraun	0,235
250	51,4	schwarz und glänzend	0,23
275	53,6	" " "	0,23
300	54,0	" " "	0,22
325	54,2	" " "	0,214
350	54,3	" " "	0,21

Die kräftigste chemische Zersetzung beginnt also bei etwa 175° und ist zum größten Teil beendet bei ca. 300° . Der Gewichtsverlust bis 125° rührt zumeist her von der Austreibung der in den Fäden befindlichen Feuchtigkeit. Das Schwinden der Fäden dagegen tritt ziemlich gleichmäßig ein und ist bei 350° noch lange nicht beendet, denn bei den Versuchen zeigte sich keine Veränderung im Durchmesser mehr, erst nach gegen 800° . Bei diesem Versuch sei noch bemerkt, daß die Fäden bei den einzelnen Temperaturgraden ca. je 1 Stunde lang belassen wurden, so daß also der Versuch gegen 13 Stunden beanspruchte.

Stärkere Fäden brauchen etwas längere Zeit, um diesen Zersetzungs- und Schwindungsprozeß durchzumachen; man hat bei diesen deshalb die Vorsicht zu gebrauchen, die Temperatur während der kritischen Periode noch langsamer zu steigern. Es wurde deshalb für durchaus notwendig gehalten, dünne und starke Fäden getrennt zu glühen, oder, wenn dünne und starke Fäden in eiligen Fällen zusammen karbonisiert werden müssen, die für die starken Fäden benutzten Zeiten und Temperatursteigerungen einzuhalten. Um noch einmal zusammenzufassen: Die Steigerung der Temperatur bis zum Beginn der Zersetzung der Fäden kann ziemlich schnell geschehen; dann darf man bis zu dem Punkt, bei welchem die Zersetzung nahezu vollendet ist, nur langsam vorgehen und zum Schluss nach Überschreitung der kritischen Periode wieder schneller.

B. Glühvorschriften.

Der Verfasser hat folgende Vorschriften zum Vorglühen von Nitrozellulosefäden als sehr brauchbar gefunden.

I. Für dünne Fäden von 0,25 mm bis 0,80 mm Durchmesser:

	In 6 Stunden auf 160° C,			
in weiteren	4	"	"	180° C,
"	4	"	"	205° C,
"	6	"	"	280° C,
"	6	"	"	320° C,
"	12	"	"	550° C,
<hr/>				
38 Stunden.				

II. Für starke Fäden von 0,85 mm und stärker:

	In 6 Stunden auf 160° C,		
in weiteren	6	"	180° C,
"	6	"	205° C,
"	10	"	280° C,
"	10	"	320° C,
"	12	"	550° C,
<hr/>			
	50 Stunden.		

Wie schon erwähnt, können verschiedene Materialien auch verschieden beim Glühen behandelt werden, je nach den Eigenschaften dieser zur Verfügung stehenden Fäden. So arbeiten z. B. die amerikanischen Fabriken und auch die Allgemeine Elektrizitätsgesellschaft, Berlin, nach folgender Vorschrift und erzielen sehr gute Resultate:

In 48 Stunden wird die Temperatur langsam und gleichmäßig auf 315° gesteigert, und dann geht man in weiteren 14 Stunden bis auf 1300°, und zwar wird in der 49. Stunde die Temperatur auf 345° gebracht, in der 50. auf 385° und in der 51. auf 445°. Von da ab in 11 Stunden auf 1300° C. Das Fertigkarbonisieren geschieht in 4—6 Stunden in einem Siemens-Regenerativofen oder in einem Ölgasgebläseofen, in dem eine Temperatur von nahezu 1700° erzielt wird.

Jede Fabrik wird natürlicherweise nach dem Schema karbonisieren, welches sie praktisch als am besten befunden hat, und die angegebenen Methoden sollen nur zeigen, wie man im allgemeinen bestrebt ist, die Temperatur in den ersten Stadien nur langsam zu steigern. Manche Fabrik wird vielleicht noch vorsichtiger und langsamer arbeiten müssen, während die Beschaffenheit des Fadenmaterials einer anderen ein schnelleres Glühen gestattet.

Ein weiterer sehr wichtiger Punkt ist noch folgender, der allerdings erst beim Fertigkarbonisieren, also bei den höchsten erreichbaren Hitzegraden zur Geltung kommt, nämlich: die Graphitkästen, in denen die Fäden lagern, müssen an jedem Punkte dieselbe Endtemperatur erhalten, oder, sofern man mehrere Tiegel zusammen karbonisiert, muß man die größte Sorgfalt darauf verwenden, daß alle im Ofen befindlichen Tiegel gleich hoch erhitzt werden. Die Höhe der Temperatur bedingt den Grad des spezifischen Widerstandes der Kohlen; je niedriger die Temperatur ist, desto höher ist der Widerstand, und je höher die Temperatur ist, desto niedriger wird

der Widerstand. Ein gleicher Widerstand ist aber Bedingung, da sonst das später folgende Präparieren der Kohlen unnötig erschwert wird. Bei der Anlage der Karbonisieröfen ist deshalb das Augenmerk darauf zu richten, daß die Tiegel möglichst gleichmäÙig von den Heizgasen umspült werden.

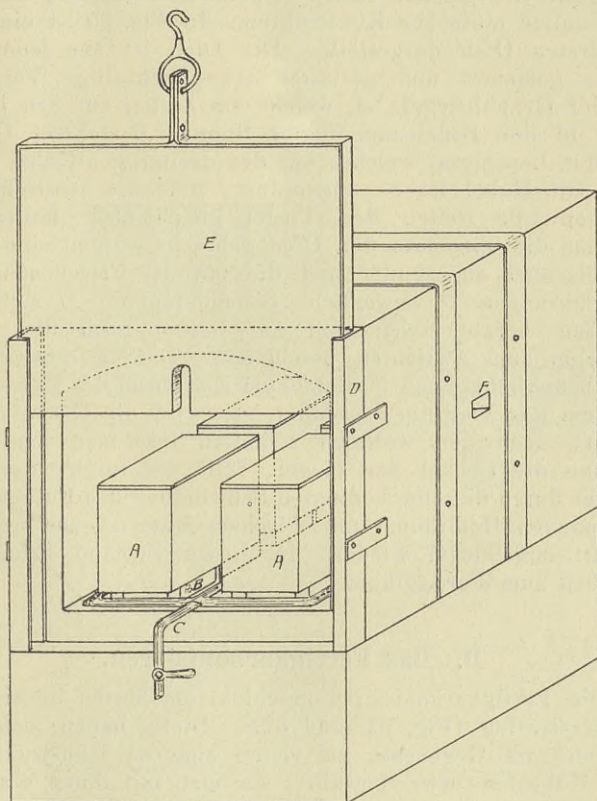


Fig. 80.

C. Das Vorkarbonisieren.

Der Glühkohlentechniker zerlegt das Karbonisieren gewöhnlich in zwei Stufen, um die allmähliche Steigerung der Temperatur im Anfang genau kontrollieren und regulieren zu können:

1. das Vorglühen oder Vorkarbonisieren gewöhnlich bis 600°C ;
2. das Fertigglühen bis ca. 1700° .

Die Öfen für das Vorkarbonisieren werden fast durchgängig mit Gas geheizt, lassen sich leicht regulieren und sind von ziemlich einfacher Konstruktion. In Fig. 80 ist einer der beliebtesten Öfen dargestellt. Der Ofen ist aus feuerfesten Steinen gemauert und gestattet das gleichzeitige Vorglühen von vier Graphittiegeln *A*, welche am besten auf den bis zur Hälfte in den Boden eingefügten Steinen *B* stehen. Geheizt wird mit Leuchtgas, welches aus der dreiteiligen Gabel *C* austritt. Die Gabel ist so angeordnet, daß die ausströmenden Flammen alle Seiten der Tiegel gleichmäßig bestreichen. Nachdem die Tiegel in den Ofen gebracht worden sind, wird die Heizgabel angezündet und die mittelst Flaschenzuges in den Führungen *D* bewegliche Schamotteplatte *E* zum Verschließen herabgelassen und am besten noch die Ritzen mit Lehm zum Abdichten beschmiert. Das in einer Seitenwand befindliche Loch *F* dient zum Einführen des Pyrometers. Nachdem das Vorglühen beendet ist, wird die Gaszufuhr abgestellt; nach dem völligen Erkalten löst man am besten nochmals die Deckel der Tiegel, füllt die infolge der Hitze und der durch dieselbe bedingten Schwindung des Füllmaterials entstandenen Hohlräume mit frischem Material aus und verschließt den Tiegel wieder. In diesem Zustand bringt man dieselben zum Fertigglühen.

D. Das Fertigkarbonisieren.

Das Fertigkarbonisieren geschieht am besten im Siemens-Regenerativofen (Fig. 81 und 82). Diese haben sich ganz besonders im Gegensatz zu vielen anderen Konstruktionen, z. B. Koksöfen usw., bewährt, da man mit ihnen eine sehr hohe Temperatur erzielen und gleichzeitig die Kammer an allen Punkten gleichmäßig erhitzen kann. Praktisch ist es, zwei Öfen nebeneinander zu benutzen, deren Kammern je zwei Tiegel zu fassen vermögen. Die Öfen werden zur Rotglut erhitzt, die Tiegel dann schnell in die Kammern geschoben und die Öffnungen verschlossen. Das Fertigkarbonisieren in diesen Öfen beansprucht eine Zeit von ca. 4 bis 5 Stunden.

Andere Fabriken benutzen zum Fertigkarbonisieren Öl-gasgebläseöfen, deren Konstruktion aus Fig. 83 und 84 zu ersehen ist. Der Ofen besitzt einen viereckigen Querschnitt und faßt gewöhnlich vier Tiegel. Das Mauerwerk *A* besteht

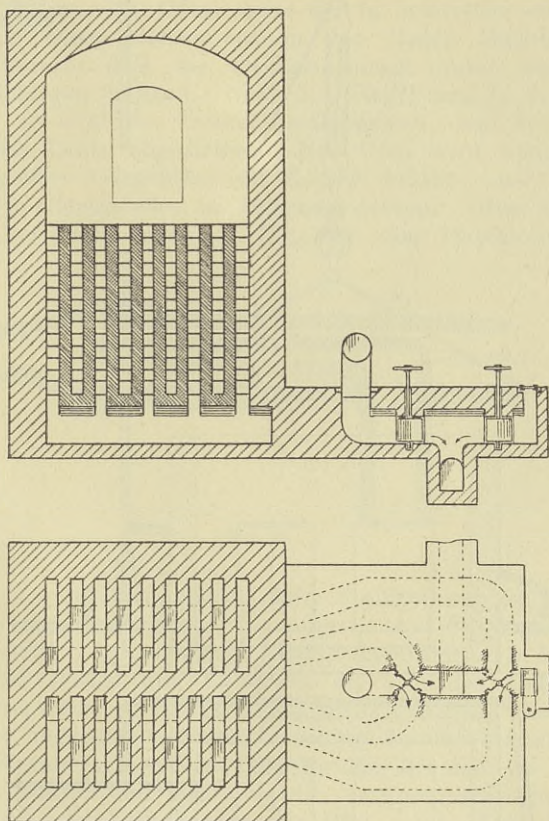


Fig. 81 und 82.

aus hochfeuerfestem Material, ebenso der Deckel *B*, welcher mit einem Eisenband eingesetzt ist und vermittelt der im Scharnier beweglichen Krammen *C*, des Flaschenzuges *D* und des Wagens *E* gehoben und gesenkt, ebenso auf den Schienen *F* hin und her bewegt werden kann. Im Mauerwerk *A* sind zwei

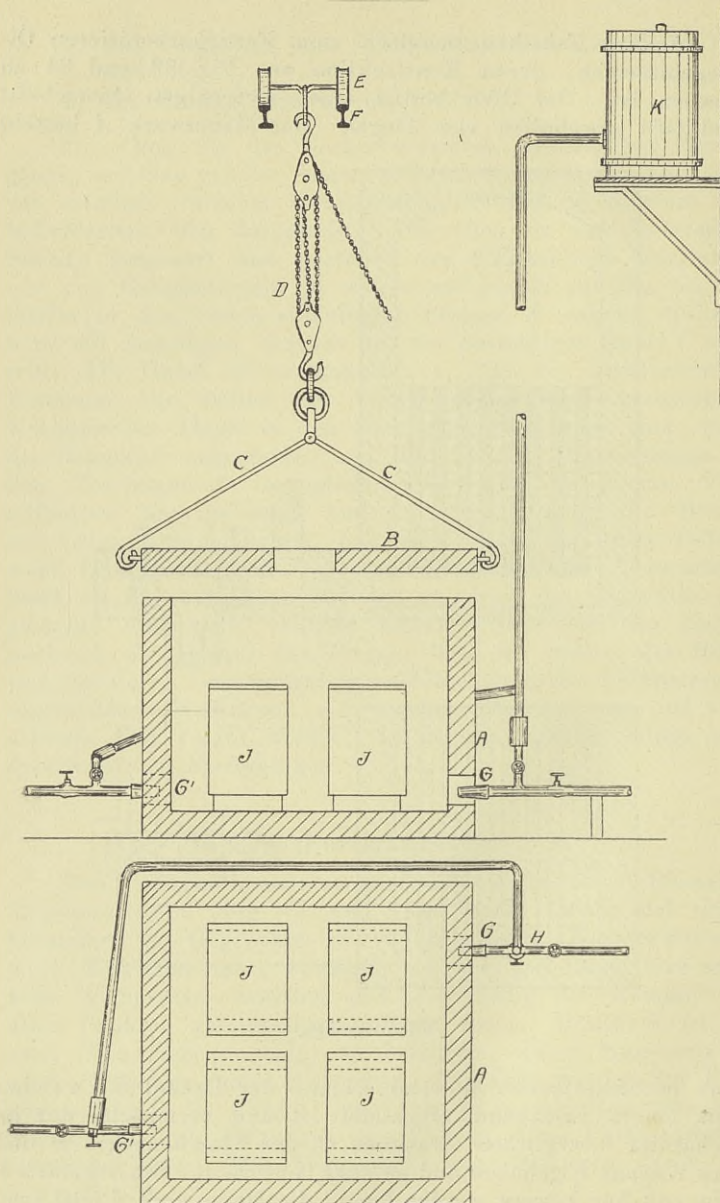


Fig. 83 und 84.

Öffnungen G und G' nahe am Boden des Ofens angebracht, und zwar in entgegengesetzter Richtung, und dienen zur Einführung der Gebläsedüsen H und H' . Die in den Ofen schlagenden Flammen rufen so gewissermaßen eine Kreisbewegung hervor und ermöglichen dadurch eine absolut gleichmäßige Erhitzung des Ofens sowie der in demselben stehenden Tiegel J . Diese stehen auf in den Boden eingelassenen Steinen derart, daß die Gebläseflammen unter denselben hindurchschlagen können. Sind die Tiegel nun in den Ofen gebracht, so wird der Deckel herabgelassen, und die Fugen werden mit Lehm abgedichtet. Der Ofen wird nun zuerst mittelst großer Gasgebläse zur Rotglut erhitzt, und hierauf werden die Ölgasgebläse in Tätigkeit gesetzt. Diese Gebläse bestehen aus dem Rohr A (Fig. 85) zum Durchleiten der

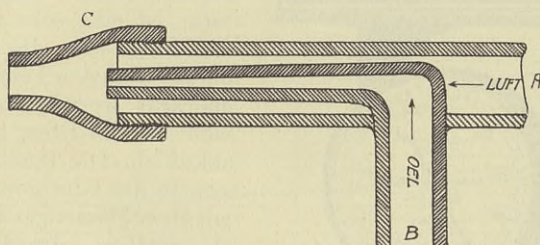


Fig. 85.

Prefsluft, in welches ein zweites Rohr B eingelassen ist, welches das zur Verbrennung nötige Öl zuführt. Auf das Rohr A ist das Mundstück C aufgeschraubt. Beide Zuleitungsrohre besitzen Hähne, um sowohl den Luftdruck als auch den Zufluß des Öles zu regulieren. Ist der Ofen nicht genügend durch die Gasgebläse angeheizt worden, so schlägt beim Inbetriebsetzen der Ölgasbrenner eine dichte Rauchwolke aus dem im Deckel des Ofens befindlichen Loch, da die Verbrennung keine vollständige ist. Je heißer aber der Ofen wird, desto kleiner wird die herausschlagende Flamme. Um das Öl mit genügendem Druck in das Gebläse treten zu lassen, ordnet man das Reservoir, gewöhnlich ein eisernes Faß K , 5–6 m hoch über dem Ofen an.

Mit Hilfe dieses Gebläses läßt sich in kurzer Zeit, etwa in 4 Stunden, eine Temperatur von ca. 1700°C erreichen; ein Ofen wie der angegebene verbraucht bei konstantem

Betrieb in 24 Stunden 250 kg Öl ($1 \text{ kg} = 5 \text{ Pfg.}$), arbeitet also sehr ökonomisch. Ein ähnliches Glühverfahren schlägt auch Sellon¹⁾ vor, nach welchem das Karbonisieren in Petroleummuffeln vorgenommen wird. Die die Fäden enthaltenden Graphitschmelztiegel werden in einen zweiten Tiegel eingesetzt, der durch eine Schicht Asbest vor zu schneller

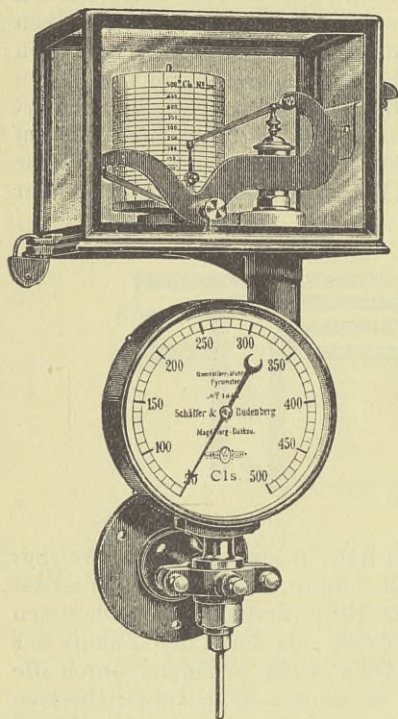


Fig. 86.

Zerstörung geschützt wird. Durch eine Düsenvorrichtung tritt nun Petroleum und Preßluft ein. Nachdem der Tiegel weißglühend geworden ist, wird durch Einblasen von Sauerstoff der Glühprozess beendet. Die hierbei erzielte Endtemperatur ist eine sehr hohe.

Sind nun die Tiegel bis zur höchsten Temperatur gebracht worden, so läßt man sie im Ofen langsam abkühlen. Die Tiegel haben sich in der Glut gewöhnlich mit einer glasartigen Schmelze umgeben, die dann erstarrt und einen dichten Abschluss gegen das Eindringen von Luft gewährt. Will man ganz sicher gehen und jede nachträgliche Verbrennung vermeiden, so kann man auch die Tiegel in weißglühendem Zustand aus dem Ofen in einen mit gut schließendem Deckel

versehenen gußeisernen Kasten bringen, durch den in geeigneter Weise zur Abkühlung Leuchtgas streicht.

E. Die Temperaturkontrolle.

Zum Schluß seien noch einige Pyrometer erwähnt, die mit Vorteil zur Kontrolle des Karbonisierens verwendet werden

¹⁾ Urbanitzky, Das elektrische Licht, S. 102.

können. Ganz vorzüglich bewährt hat sich für Temperaturen bis 600°C (Vorkarbonisieren) das Talpotasimeter (Fig. 86) von Schäffer und Budenberg, Magdeburg - Buckau. Es ist dies ein Quecksilber-Federpyrometer mit selbsttätiger Aufzeichnung der Temperatur. Bei dem Instrument wird ein auf einer kleinen Walze befestigter Papierstreifen mittelst Uhrwerkes unter der Spitze eines Schreibstiftes vorbeigeführt, welcher durch eine von der Wärme entsprechend ausgedehnte Feder bewegt wird. Die Papierstreifen (Fig. 87) sind mit Längs- und Querstreifen versehen, von denen die ersteren zur Bestimmung der Temperatur, die letzteren zur Bestimmung der Zeit dienen. Man trägt sich auf der Skala des Papierstreifens,

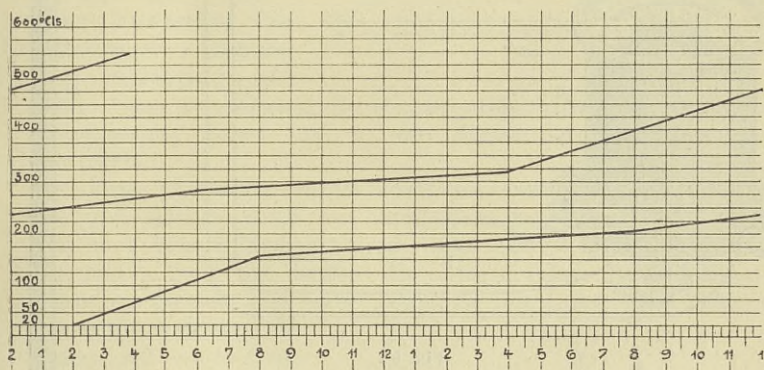


Fig. 87.

welcher gewöhnlich in 24 Stunden eingeteilt ist, das Vorglüh-schema auf, wie es in Fig. 87 angegeben ist, bringt den Streifen auf die Trommel und stellt den Zeiger auf den Anfang des Schemas. Es sei z. B. ein Schema zum Vorkarbonisieren starker Fäden aufgezeichnet. Der Heizer hat nun die Temperatur im Ofen so zu regeln, daß der Zeiger genau der aufgezeichneten Kurve folgt.

Dieses Pyrometer arbeitet sehr sicher und gleichmäßig; Reparaturen sind sehr selten notwendig.

Ebenfalls zu empfehlen sind registrierende Quecksilber-thermometer mit Kohlensäurefüllung, die in bester Qualität von G. A. Schulze, Charlottenburg, geliefert werden. Das Registrierverfahren ist hierbei derart, daß der jeweilige Stand

des Quecksilbers in der Kapillare selbsttätig photographiert wird. Es entstehen dabei Diagramme, welche dadurch hervorgerufen werden, daß das auf der Registriertrommel aufgespannte lichtempfindliche Papier über dem Quecksilber beleuchtet wird, bis zur Höhe des Quecksilberstandes dagegen nicht. Man erhält so auf dem Streifen einen dunklen und

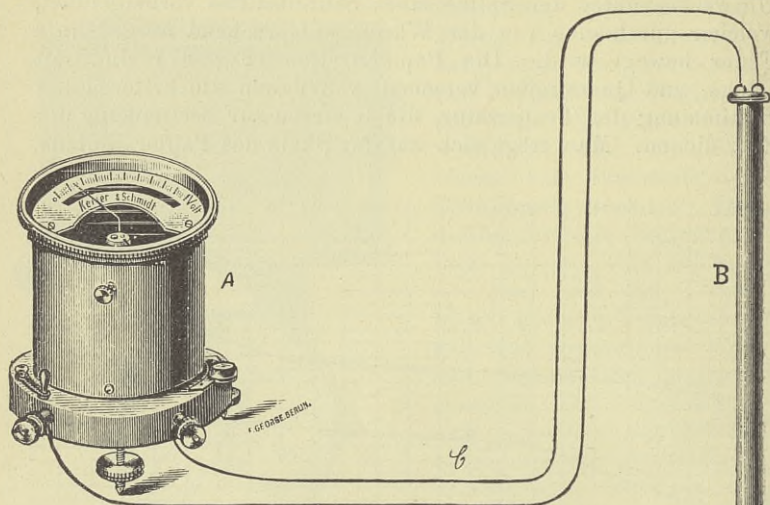


Fig. 88.

einen weissen Teil; der letztere ist also die Temperatur-region. An der scharf abgegrenzten Scheidelinie zwischen schwarz und weiss lassen sich die erzielten Temperaturen mit großer Genauigkeit ablesen.

Zum Messen der höheren Temperaturen beim Fertigkarbonisieren bedient man sich am vorteilhaftesten des Pyrometers nach Le Chatelier. Neben sehr einfacher Bedienung zeichnet sich dieses Pyrometer durch eine gute Konstanz und sehr genaue Temperaturangaben bei großer Hitze aus. Holborn und Wien haben festgestellt, daß dieses Pyrometer bei Temperaturen von über 1000°C nur Differenzen von $\pm 5^{\circ}\text{C}$ anzeigt. Das Pyrometer besteht aus dem Thermoelement *B*, der Leitung *C* und dem Voltmeter *A* (Fig. 88). Das Element besteht aus zwei 0,6 mm starken und 150 cm langen Drähten, von denen der eine aus

reinem Platin, der andere aus einer Legierung von Platin mit 10% Rhodium besteht. Diese beiden Drähte sind an einem Ende zu einer kleinen Kugel zusammengeschmolzen. Bei Erhitzung dieser Lötstelle auf 100°C entsteht eine schwache elektrische Spannung von 0,001 Volt. Werden die Schenkel nun mit einem Millivoltmeter verbunden, so kann man direkt die Temperatur ablesen, wenn gleichzeitig auf der Skala die den erhaltenen Millivolt entsprechenden Temperaturen aufgetragen sind. Zum Schutze gegen Zerstörung steckt gewöhnlich das Thermoelement in einer Röhre aus

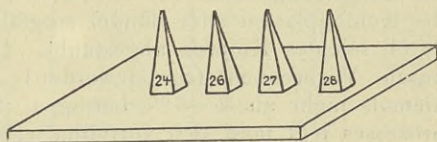


Fig. 89.

Marquartscher Porzellanmasse; so könnten z. B. kohlehaltige glühende Gase zur Bildung des leichter schmelzbaren Kohleplatins Veranlassung geben und so die Zerstörung des Elementes bewirken.

Diese Pyrometer halten nur Temperaturen bis zu 1600°C aus und müssen dann aus dem Ofen entfernt werden. Um nun noch höhere Temperaturen, über 1600°C , festzustellen, verwendet man am besten die Segerschen Schmelzkegel.

Dieselben werden auf einer Tonplatte mit Lehm oder Zement angekittet und dann am besten auf einen Graphittiegel aufgesetzt. Hierbei hat man zu beachten, daß die Kegel möglichst vor der Berührung mit der Flamme geschützt werden, da

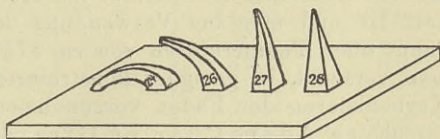


Fig. 90.

Kegel, welche mit Kohlenstoff imprägniert worden sind, einen höheren Schmelzpunkt erhalten und deshalb die im Ofen herrschende Temperatur nicht mehr genau anzeigen. Als geschmolzen gilt ein Kegel, sobald die Spitze desselben den Boden berührt. In Fig. 89 sind die noch nicht gebrauchten Kegel gezeichnet, ehe sie in den Ofen kommen, in Fig. 90 nach dem Karbonisieren. Man verwendet dazu am besten eine Reihe Kegel mit aufeinanderfolgenden Schmelzpunkten, z. B.:

Kegel 24	= 1610°,
" 26	= 1650°,
" 27	= 1670°,
" 28	= 1690°.

In Fig. 90 ist Kegel 24 umgeschmolzen, die im Ofen herrschende Temperatur betrug demnach mindestens 1610° C, aber noch nicht 1650° C.

Ist nun das Karbonisieren vollkommen beendet und sind die Tiegel abgekühlt, so wird der Deckel vom Tiegel gelöst, die Kohlenplatten oder Bündel sorgfältig herausgenommen und durch leichtes Klopfen abgestäubt. Der Verlust beim Glühen durch Verbrennen (Sprödewerden) und Deformieren sollte niemals mehr als 2—3% betragen. Zur Kontrolle des Glühprozesses legt man sich vorteilhafterweise in ähnlicher Weise, wie es beim Messen der Fäden angegeben worden ist, ein Buch an, in welchem etwa nach folgendem Schema alle Daten angegeben sind (siehe die Tabellen auf der folgenden Seite):

Die Bündel werden nach Typen geordnet, in Holzkästen aufgereiht und nun zur weiteren Verarbeitung zum Präparieren gegeben, wo nochmals genauer ihre Brauchbarkeit geprüft wird.

F. Elektrisches Glühen.

Da die Erzielung sehr hoher Temperaturen beim Glühen für die Güte und Haltbarkeit der Kohle von höchster Wichtigkeit ist und man bei Verwendung der gebräuchlichsten Öfen kaum über Temperaturen von ca. 1750° C kommen kann, hat man versucht, in geeignet konstruierten elektrischen Öfen das Karbonisieren der Fäden vorzunehmen. Schon im Jahre 1894 versuchten Adam Charles Girard und Ernest Auguste George Street¹⁾, den elektrischen Strom für diesen Zweck nutzbar zu machen, da sie erkannten, daß bei Steigerung der Temperatur der spezifische Widerstand der Kohlen ganz beträchtlich vermindert wird. Durch Erweichen, Schmelzen oder Verflüchtigen von Kohlenstoff wird hierbei eine Umwandlung der amorphen Kohle in Graphit herbeigeführt. Die auf diesem Wege hergestellten Kohlenfäden schwinden während der Behandlung weiter in beträchtlichem Maße und erhalten ein gleichmäßiges, äußerst dichtes Gefüge, wie es bei dem allgemein üblichen Glühverfahren nicht erreicht werden kann.

¹⁾ D.R.P. 85 527 vom 15. August 1894.

Zum Glühen gegeben am 6. 12. 06:

Lau- fende Nr.	Type	Durch- messer in mm	Form (Spirale) in mm	Bündel	Fäden
1.	16/110	0,185	28	110 zu 100	11 000
2.	16/120	0,16	28	121 " 100	12 100
3.	10/120	0,13	26	75 " 200	15 000
4.	16/95	0,21	2×16	60 " 100	6 000
5.	32/65	0,47	20	35 " 50	1 750
6.	10/110	0,15	2×12	82 " 200	16 400
7.	25/107	0,245	2×20	36 " 100	3 600
8.	16/100	0,20	2×20	34 " 100	3 400
9.	10/100	0,135	2×12	67 " 200	13 400
				620	82 650

Vom Glühen erhalten am 12. 12. 06:

Lau- fende Nr.	B ü n d e l			F ä d e n	
	gut	schlecht (spröde)	de- formiert	gut	schlecht
1.	110	—	—	11 000	—
2.	119	—	2	11 900	200
3.	75	—	—	15 000	—
4.	59	1	—	5 900	100
5.	35	—	—	1 750	—
6.	82	—	—	16 400	—
7.	35	1	—	3 500	100
8.	32	—	2	3 200	200
9.	65	—	1	13 200	300
	613	2	5	81 850	800
		7		ca. 1% unbrauchbar.	

Zur Ausübung des Verfahrens werden die in gewöhnlicher Weise karbonisierten Kohlenfäden in eine Hohlkohle gebracht und diese dann nach sorgfältigem dichtem Abschlufs gegen die äufsere Luft durch den elektrischen Strom erhitzt, indem man sie entweder der Einwirkung mehrerer Lichtbogen aussetzt oder auch durch Widerstandserhitzung zum Glühen bringt.

Die so hergestellten Kohlen können nach den Versuchen der Erfinder eine bedeutend höhere Spannung aushalten, ohne zerstört oder zerstäubt zu werden, so daß infolgedessen auch die Lichtausbeute eine größere und günstigere wird.

Auch durch viele andere Firmen sind derartige Versuche angestellt worden. So hat z. B. die Allgemeine Elektrizitätsgesellschaft, Berlin, Kohlen geglüht in ähnlicher Weise bei ca. 3700°C . Der Durchmesser des Kohlenrohres, welches als elektrischer Widerstandsofen benutzt wurde, betrug 35 bis 50 mm, die Stromstärke 2000 Ampere bei 44 Volt. Man kann aber bis jetzt wohl sagen, daß diese Versuche zum größten Teil für Fabrikationszwecke gescheitert sind, da die Kosten zu hoch sind und man nur eine sehr mäßige Anzahl Kohlen auf einmal glühen kann. Nach gleichem Verfahren werden auch die „metallisierten“ Kohlenfäden von J. W. Howell hergestellt. Präparierte Kohlenfäden werden im elektrischen Widerstandsofen bei Luftabschluß auf ca. 3700°C erhitzt. Die Kohle geht hierbei in die graphitartige Modifikation des Kohlenstoffs über, wobei der spezifische Widerstand des Materiales ganz bedeutend sinkt und der Temperaturkoeffizient gleich dem der Metalle ein positiver wird, d. h. je höher die Temperatur im Faden wird, desto größer wird sein Widerstand. Obgleich das Aussehen der erhaltenen Kohlenfäden kein schönes ist (sie haben infolge einer wahrscheinlich eintretenden Erweichung oder oberflächlichen Schmelzung einen unregelmäßigen Querschnitt erhalten), so sind sie doch äußerst fest und elastisch und vertragen eine nutzbringende Belastung auf ca. 2,5 Watt pro HK für etwa 500 Stunden.

XII. Die Berechnung der Kohlen.

In der gut evakuierten Lampe wird der Kohlenfaden durch Hindurchschicken eines elektrischen Stromes von bestimmter Stärke und Spannung erhitzt und zum Glühen gebracht. Die aufzuwendende Energie zur Erzielung einer bestimmten Lichtstärke richtet sich nach den Verhältnissen des Kohlenfadens, also dessen Querschnitt, Länge und der aus denselben resultierenden Oberfläche und insbesondere nach dem spezifischen Widerstand des Materials. Ein elektrischer Strom von bestimmter Stärke und Spannung vermag also einen Kohlenfaden von bestimmten Abmessungen derart zu erhitzen und zum Glühen zu bringen, daß eine bestimmte Anzahl von Kerzen Licht von der Oberfläche des Fadens ausgestrahlt werden. Eine Rolle spielt hierbei noch der spezifische Widerstand und das Lichtemissionsvermögen des Leuchtmaterials; diese beiden Faktoren können jedoch bei Verwendung von Fäden, die nach ein und derselben Methode hergestellt worden sind, für die Berechnung vernachlässigt werden. Angenommen, daß das Kohlenmaterial immer den gleichen spezifischen Widerstand und dasselbe Lichtemissionsvermögen besitzt, so hängt zur Erzielung einer gewünschten Lichtstärke die Stromstärke (Ampere) ab von dem Querschnitt oder Durchmesser des Fadens, die Spannung (Volt) von dem Querschnitt und der Länge desselben ab. Die Lichtstärke richtet sich nach der aufgewendeten elektrischen Energie (Watt), d. h. dem Produkt aus Stromstärke und Spannung, der hierdurch erzeugten Temperatur und der Oberfläche der Kohle. Je mehr elektrische Energie ein und demselben Faden zugeführt wird, eine desto höhere Temperatur wird in dem Faden erreicht und desto mehr Licht vermag der Faden auszustrahlen. Ein Beispiel kann dies in einfacher Weise erläutern. Zum Versuch wurde eine Lampe genommen von 32 Kerzen, 110 Volt und einem spezifischen Energieverbrauch von 3,2 Watt pro Hefnerkerze (HK). Die Lampe wurde zuerst bei geringer Spannung und Stromstärke eingeschaltet, die

elektrische Energie im Faden allmählich gesteigert. Es ergaben sich hierbei etwa folgende Resultate:

20 Volt	0,18 Ampere	kein Leuchten					
24 "	0,20 "	schwaches Beginnen des Glühens ¹⁾					
35 "	0,22 "	stärkeres Glühen, aber nicht meßbar					
50 "	0,37 "	0,25 Hefnerkerze	74,0 Watt pro HK				
60 "	0,44 "	1	26,4	"	"	"	"
70 "	0,54 "	2	18,9	"	"	"	"
80 "	0,62 "	4,6	11,0	"	"	"	"
90 "	0,72 "	11,5	5,6	"	"	"	"
100 "	0,80 "	18,4	4,3	"	"	"	"
110 "	1,92 "	31,5	3,2	"	"	"	"
120 "	1,00 "	64,4	1,8	"	"	"	"
130 "	1,08 "	104,5	1,3	"	"	"	"

Bei diesen Vorgängen ist es ganz gleichgültig, welche Querschnittsform der Faden besitzt, ob der Faden quadratisch, oval oder rund ist, und ebenso ob er massiv oder hohl ist. Ein Faden, der einen bestimmten quadratischen Querschnitt und eine bestimmte Länge hat, wird bei einer bestimmten Stromstärke und Spannung in der evakuierten Lampe ebenso hell glühen als ein runder Faden mit gleichem Querschnitt und gleicher Länge.

Die Lichtausbeute oder ihr reziproker Wert, die „Ökonomie“, wird ausgedrückt durch den Quotienten

$$\text{Watt pro Kerze} = \frac{\text{Volt} \times \text{Ampere}}{\text{Hefnerkerzen}}$$

Dieser Wert liegt innerhalb gewisser möglicher Grenzen und richtet sich selbstverständlich nach der Art und Haltbarkeit des verwendeten Materials; bei Benutzung von Kohlenkörpern beansprucht man die Lampe im Mittel mit etwa 3,3 Watt pro Hefnerkerze. Glühfäden aus Kohle, die nach den beschriebenen Methoden hergestellt worden sind, halten in der Regel eine höhere Beanspruchung nicht gut aus, da sonst die sogenannte Lebensdauer der Lampen ganz beträchtlich vermindert wird. Vergleichende Lebensdauerbestimmungen bei den verschiedensten Beanspruchungen, die mit Lampen von 16 Kerzen und 110 Volt ausgeführt wurden, haben im Mittel folgende Werte gegeben:

¹⁾ Zwischen der Beanspruchung dieser Lampe von 20 auf 24 Volt liegt demnach die Temperatur, bei welcher nach H. F. Weber (Wiedemann, Ann. Bd. XXXII, S. 256) Glühlampen ein düsternebelgraues oder gespenstergraues Licht aussenden. Diese erste Spur von Licht erscheint dem Auge als unstät, glimmend, auf- und abhuschend, nimmt aber sehr schnell bei steigender Temperatur an Helligkeit zu und geht über von Aschgrau nach Dunkelfeuerrot.

bei	4,5	Watt	pro	Kerze	etwa	2500	Brennstunden
"	4,0	"	"	"	"	1500	"
"	3,5	"	"	"	"	1000	"
"	3,3	"	"	"	"	850	"
"	3,0	"	"	"	"	600	"
"	2,5	"	"	"	"	250	"
"	2,0	"	"	"	"	60	"
"	1,5	"	"	"	"	2	"
"	1,0	"	"	"	"	5—10	Minuten.

Diese Tabelle zeigt deutlich, daß man bei Erzielung einer durchschnittlichen Lebensdauer von 1000 Brennstunden die Lampe nicht weit unter 3,5 Watt, bis höchstens 3,3 Watt pro Kerze beanspruchen darf.

A. Die runden, massiven Kohlen.

Auf den Beziehungen zwischen der aufgewendeten elektrischen Energie, d. h. der durch die elektrische Energie erzeugten Temperatur und Lichtstärke zum Querschnitt, Länge und Oberfläche des Kohlenfadens beruht die Berechnung der Glühfäden. Die Materialien jedoch, die auf verschiedene Art und Weise hergestellt worden sind, besitzen sehr verschiedene Eigenschaften in bezug auf spezifischen Widerstand und Lichtemissionsvermögen. Es sind infolgedessen allgemein gültige Formeln für die Berechnung von Kohlenfäden aus den verschiedenen Materialien schwer aufzustellen.

Bezeichnet man mit

- d den Durchmesser der Kohle einer bekannten Lampe,
- d_1 den Durchmesser der Kohle einer gesuchten Lampe,
- l die Länge der Kohle der bekannten Lampe,
- l_1 die Länge der Kohle der gesuchten Lampe,
- K die Lichtstärke in Hefnerkerzen der bekannten Lampe,
- K_1 die Lichtstärke in Hefnerkerzen der gesuchten Lampe,
- v die Spannung in Volt der bekannten Lampe,
- v_1 die Spannung in Volt der gesuchten Lampe,
- und i die Stromstärke in Ampere der bekannten Lampe,
- i_1 die Stromstärke in Ampere der gesuchten Lampe,

so ist nach den H. F. Weberschen Formeln

$$d_1 = d \sqrt[3]{\left(\frac{v \cdot K_1}{v_1 \cdot K}\right)^2}$$

$$l_1 = l \sqrt[3]{\left(\frac{v_1^2 \cdot K_1}{v^2 \cdot K}\right)}$$

und

$$i_1 = i \frac{v \cdot K_1}{v_1 \cdot K}.$$

Zur Ermittlung der Werte einer bestimmten Lampe bei einer gewissen Anzahl von Watt pro Kerze verfährt man am besten in folgender Weise: Eine Anzahl genau in Durchmesser und Länge stimmender Kohlenfäden werden auf einem empfindlichen Mikrometer gemessen, auf den normalen Widerstand präpariert und hierauf in Lampen eingesetzt. Nachdem die Lampen gut evakuiert und zugeschmolzen worden sind, werden sie mit Hilfe des elektrischen Stromes so weit beansprucht, bis eine gewisse beabsichtigte Anzahl von Watt pro Kerze, z. B. 3,5, erreicht worden ist, d. h. das Produkt aus Spannung und Stromstärke, dividiert durch die gemessene Anzahl von horizontalen Hefnerkerzen, ist 3,5.

Angenommen die hierzu benutzten Kohlenfäden (nach dem Nitrozelluloseverfahren) hatten einen Durchmesser d von 0,096 mm und eine Länge l von 182 mm, so findet man für 3,5 Watt pro HK

$$\begin{aligned} i &= 0,32 \text{ Ampere,} \\ v &= 110 \text{ Volt,} \\ \text{und } K &= 10 \text{ HK, denn} \end{aligned}$$

$$\frac{i \cdot v}{K} = \frac{0,32 \cdot 110}{10} = 3,52.$$

Diese gefundenen Zahlen gelten nun als Grundzahlen für die Berechnung jeder anderen Lampe nach den oben angegebenen Formeln. Einige einfache Beispiele sollen dies erläutern.

Gesucht seien die Größenverhältnisse einer Kohle für eine Lampe von 10 Kerzen 65 Volt bei 3,5 Watt pro Kerze. Nach der Formel ist, sobald die oben gefundenen Werte für d , l , v , K und i eingesetzt werden,

$$\begin{aligned} d_1 &= 0,096 \sqrt[3]{\left(\frac{110 \cdot 10}{65 \cdot 10}\right)^2} = 0,096 \sqrt[3]{\left(\frac{110}{65}\right)^2} \\ &= 0,096 \sqrt[3]{2 \cdot 89} = 0,096 \cdot 1,42 = 0,136 \text{ mm,} \end{aligned}$$

$$l_1 = 182 \sqrt[3]{\frac{65^2 \cdot 10}{110^2 \cdot 10}} = 182 \sqrt[3]{\frac{4225}{12100}}$$

$$= 182 \sqrt[3]{0,349} = 182 \cdot 0,7 = 127,5 \text{ mm,}$$

$$i_1 = 0,32 \cdot \frac{110 \cdot 10}{65 \cdot 10} = 0,32 \cdot 1,7 = 0,55 \text{ Ampere.}$$

Selbstverständlich lassen sich auch alle anderen Kohlen für eine andere Beanspruchung als 3,5 Watt pro Kerze in gleicher Weise berechnen, sofern man die durch Versuche gefundenen Zahlen als bekannte in die obigen Formeln einsetzt. So finden wir z. B. für eine Lampe von 10 Kerzen 110 Volt bei 3,0 Watt pro Kerze

$$d = 0,085 \text{ mm,}$$

$$l = 164 \text{ mm,}$$

$$i = 0,272 \text{ Ampere.}$$

Gesucht sei wieder eine Lampe von 10 Kerzen 65 Volt bei 3,0 Watt pro Kerze.

$$d_1 = 0,085 \sqrt[3]{\left(\frac{110 \cdot 10}{65 \cdot 10}\right)^2} = 0,085 \cdot 1,42 = 0,121 \text{ mm,}$$

$$l_1 = 164 \sqrt[3]{\frac{65^2 \cdot 10}{110^2 \cdot 10}} = 164 \cdot 0,7 = 114,8 \text{ mm,}$$

$$i_1 = 0,272 \cdot 1,7 = 0,46 \text{ Ampere.}$$

Zur Erleichterung der Berechnung sei folgende Tabelle angeführt, deren Zahlen direkt nach den oben genannten Formeln gefunden worden sind und die gestattet, in sehr einfacher und schneller Weise die Durchmesser und Längen runder Vollkohlen für eine bestimmte Anzahl von Watt pro Kerze zu finden. Die Handhabung ist eine sehr einfache:

Man teilt die Voltzahl der gesuchten Kohle durch die gesuchte Kerzenzahl und sucht hierauf in der betreffenden Reihe die Zahlen auf, von denen die linke den Durchmesser angibt, während die rechte mit der Voltzahl multipliziert die Länge ergibt.

Beispiel: Gesucht der Durchmesser und die Länge für eine Kohle für 10 Kerzen 110 Volt bei 3,5 Watt pro Kerze.

$$110 : 10 = 11.$$

Volt; Kerzen.

In der Reihe 11 findet man bei 3,5 Watt pro Kerze

$$d = 0,096 \text{ mm,}$$

$$l = 1,65 \cdot 110 = 181,5 \text{ mm.}$$

Oder gesucht sei die Kohle für eine Lampe von 10 Kerzen
65 Volt bei 3,5 Watt pro Kerze.

$$65 : 10 = 6,5.$$

Reihe 6,5 zwischen Reihe 6 und 7 liegend, ergibt

$$d = 0,136 \text{ mm,}$$

$$l = 1,98 \cdot 65 = 128,7 \text{ mm.}$$

Es sei hierbei bemerkt, daß bei den großen Längen der Kohlen eine Differenz von 1—1,5 mm keine sonderlich merkbare Rolle spielt.

Tabelle zur Berechnung der Kohlen.

Reihe	2,5 Watt pro Kerze		3,0 Watt pro Kerze		3,5 Watt pro Kerze		4,0 Watt pro Kerze		4,0 Watt pro Kerze	
	<i>d</i>	<i>l</i>	<i>d</i>	<i>l</i>	<i>d</i>	<i>l</i>	<i>d</i>	<i>l</i>	<i>d</i>	<i>l</i>
1	0,360	2,95	0,418	3,32	0,475	3,68	0,531	4,03	0,586	4,36
2	0,229	2,32	0,265	2,65	0,300	2,92	0,334	3,20	0,370	3,43
3	0,174	2,04	0,200	2,30	0,230	2,55	0,255	2,79	0,281	3,02
4	0,144	1,86	0,166	2,09	0,189	2,32	0,211	2,55	0,232	2,75
5	0,124	1,72	0,143	1,95	0,163	2,15	0,182	2,36	0,200	2,55
6	0,110	1,62	0,127	1,83	0,143	2,03	0,162	2,22	0,178	2,40
7	0,100	1,53	0,115	1,74	0,130	1,93	0,145	2,10	0,160	2,28
8	0,090	1,46	0,105	1,66	0,119	1,85	0,132	2,02	0,147	2,18
9	0,083	1,40	0,096	1,60	0,110	1,77	0,123	1,94	0,135	2,10
10	0,078	1,36	0,090	1,55	0,103	1,71	0,115	1,87	0,126	2,03
11	0,073	1,32	0,085	1,49	0,096	1,65	0,107	1,81	0,118	1,96
12	0,069	1,28	0,079	1,45	0,091	1,61	0,101	1,76	0,112	1,90
13	0,065	1,25	0,075	1,42	0,086	1,54	0,096	1,71	0,106	1,85
14	0,063	1,22	0,072	1,38	0,082	1,53	0,092	1,67	0,101	1,81
15	0,060	1,18	0,069	1,35	0,078	1,49	0,087	1,64	0,096	1,77
16	0,058	1,16	0,066	1,32	0,075	1,46	0,084	1,60	0,092	1,73
17	0,056	1,13	0,064	1,29	0,072	1,43	0,080	1,57	0,089	1,69
18	0,053	1,11	0,060	1,27	0,070	1,40	0,078	1,54	0,085	1,66
19	0,051	1,09	0,059	1,25	0,067	1,38	0,074	1,51	0,082	1,63
20	0,049	1,08	0,057	1,23	0,065	1,36	0,072	1,48	0,079	1,60
21	0,048	1,06	0,055	1,21	0,063	1,34	0,070	1,46	0,077	1,58
22	0,046	1,04	0,053	1,19	0,061	1,32	0,068	1,44	0,075	1,55
23	0,044	1,03	0,052	1,16	0,059	1,30	0,066	1,42	0,073	1,52
24	0,043	1,02	0,050	1,15	0,057	1,28	0,064	1,39	0,070	1,51

Sehr vorteilhaft ist es nun, der Person, welche die Aufsicht über die Kohlenabteilung ausübt, einem Meister oder Vorarbeiter, ausführliche ausgerechnete Tabellen zu übergeben, damit er sich mit einem kurzen Blicke sofort über Durchmesser und Länge einer bestimmten Kohle unterrichten kann; diese Tabellen werden für die gangbarsten Typen, nach der Spannung geordnet, ausgeführt und werden zur besseren Schonung am besten auf dicker Pappe befestigt. Eine derartige Tabelle sei hier aufgeführt.

110 Volt.

Kerzen	3,0 Watt		3,1 Watt		3,2 Watt		3,3 Watt		3,4 Watt	
	<i>d</i>	<i>l</i>	<i>d</i>	<i>l</i>	<i>d</i>	<i>l</i>	<i>d</i>	<i>l</i>	<i>d</i>	<i>l</i>
5	0,053	131	0,055	133	0,056	136	0,058	139	0,059	142
10	0,085	165	0,087	168	0,089	172	0,091	175	0,094	179
16	0,116	192	0,119	196	0,123	201	0,126	205	0,130	209
25	0,156	223	0,160	228	0,164	233	0,168	238	0,172	243
32	0,184	242	0,188	248	0,194	253	0,198	258	0,204	263
50	0,252	284	0,258	290	0,265	295	0,272	301	0,278	306

Kerzen	3,5 Watt		3,6 Watt		3,7 Watt		3,8 Watt	
	<i>d</i>	<i>l</i>	<i>d</i>	<i>l</i>	<i>d</i>	<i>l</i>	<i>d</i>	<i>l</i>
5	0,061	146	0,062	148	0,064	151	0,065	154
10	0,096	182	0,098	186	0,101	190	0,103	193
16	0,133	213	0,137	217	0,140	221	0,144	225
25	0,170	248	0,180	253	0,184	258	0,188	264
32	0,209	268	0,214	276	0,219	283	0,224	288
50	0,286	312	0,293	318	0,299	323	0,306	329

Man wird nun finden, daß die in dieser Weise berechneten Dimensionen in gewissen Fällen nicht ganz stimmen, d. h. daß bei Fertigstellung der betreffenden Lampe der gewünschte Wattverbrauch pro Kerze nicht ganz erzielt wird. Dies tritt ein bei Lampen von niedriger Kerzenstärke und hohem Stromverbrauch. Bei diesen ist man gezwungen, die Zuleitungsdrähte sehr stark zu nehmen, durch welche ein merkbarer Teil der im Faden erzeugten Wärme abgeleitet wird. Man hat in diesen Fällen einen dem Verlust durch die Wärmeableitung entsprechenden Überschuss an elektrischer Energie

zuzuführen, oder, was demselben gleichkommt, die Dimensionen des Fadens derart zu verändern, daß bei Verbrauch derselben elektrischen Energie die gewünschte Lichtstärke erreicht wird. Scheinbar wird also die Temperatur des Fadens erhöht. Man hilft sich in diesen Fällen gewöhnlich so, daß die Länge der berechneten Kohle um einen gewissen geringen Betrag verkürzt wird. Ebenso verkürzt man bei allen Niedervoltlampen meist die gefundene Fadenlänge um $\frac{1}{4}$ —1 mm.

Ein weiterer Wärmeverlust tritt ein, wenn die Lampe nicht gut evakuiert worden ist. Die in der Lampe befindliche Luft wird durch den glühenden Faden stark erhitzt und leitet nun energisch Wärme nach außen hin ab. Ist die Lampe jedoch sehr gut luftleer gemacht worden, so kann der nun auftretende sehr geringe Wärmeverlust vollständig vernachlässigt werden.

B. Die runden, hohlen Kohlen.

Die hohlen Kohlen werden nicht allgemein verwendet, sondern meist nur für hochvoltige Lampen, da, wie früher schon angegeben worden ist, ihre Herstellung mancherlei Schwierigkeiten bietet. Der elektrische Energieverbrauch ist zur Erzielung einer bestimmten Temperatur des Fadens natürlich genau derselbe wie bei Vollkohlen; jedoch bieten die Hohlkohlen den Vorzug, daß die bisweilen sehr große Länge der Vollkohlen beträchtlich verkürzt wird oder umgekehrt bei derselben Länge die Spannung sehr erhöht, der Stromverbrauch dagegen entsprechend verringert wird. An einigen einfachen Beispielen läßt sich dies erkennen.

Nach den obenstehenden Tabellen sind die Dimensionen einer runden Vollkohle von 50 Kerzen 110 Volt bei 3,5 Watt pro Kerze

$$\begin{aligned} d &= 0,286 \text{ mm,} \\ l &= 312 \text{ mm,} \\ i &= 1,6 \text{ Ampere.} \end{aligned}$$

Der Querschnitt dieser Kohle q ist demnach

$$q = 0,0642 \text{ qmm.}$$

Bringt man nun eine runde Hohlkohle im Vakuum zum Glühen, deren Länge ebenfalls 312 mm, deren äußerer Durchmesser

$d = 0,286$ mm, deren innerer dagegen $0,143$ mm betragen soll, so haben wir in diesem Falle einen Querschnitt q :

$$q = \frac{d^2 \pi}{4} - \frac{d_1^2 \pi}{4} = 0,048 \text{ mm}^2.$$

Dieser Querschnitt ist also um $\frac{1}{4}$ kleiner als der der Vollkohle; infolgedessen wird auch die zu einer Energie von $3,5$ Watt pro Kerze nötige Stromstärke um $\frac{1}{4}$ geringer, die Spannung dagegen um $\frac{1}{3}$ höher sein, also

$$\begin{aligned} i &= 1,2 \text{ Ampere,} \\ v &= 147 \text{ Volt.} \end{aligned}$$

Die elektrische Energie zur Erhitzung beider Kohlen auf $3,5$ Watt pro Kerze ist in beiden Fällen dieselbe, denn

$$1,6 \cdot 110 = 1,2 \cdot 147 = 176 \text{ Watt.}$$

Man sieht also, daß in beiden Fällen mit 176 Watt eine Lichtstärke von 50 Kerzen bei $3,5$ Watt erzielt wird; der Unterschied ist aber, daß bei gleicher Länge und gleichem äußeren Durchmesser bei der Hohlkohle die Stromstärke geringer, die Spannung aber erhöht wird, ein Vorteil, der bei der Unterbringung der Kohle in die Lampe sehr wesentlich ist. Eine runde Vollkohle von 147 Volt und 50 Kerzen besitzt, nach der Tabelle berechnet

$$\begin{aligned} d &= 0,237 \text{ mm,} \\ l &= 373 \text{ mm.} \end{aligned}$$

Der Unterschied zwischen den beiden Längen der Hohl- und Vollkohle für 50 Kerzen 147 Volt beträgt also hier schon 61 mm. Diese Unterschiede werden um so größer, je größer der innere Durchmesser der Hohlkohle, je kleiner also die Wandstärke wird; jedoch kann man wegen der Zerbrechlichkeit der Kohlen nur bis zu einem gewissen Grade die Wandstärke verkleinern, etwa bis auf $\frac{1}{6}$ des Gesamtdurchmessers.

C. Die Anordnung der Kohle in der Lampe.

Anschließend an die Berechnung der Kohlen sollen noch einige kurze Bemerkungen über die Art und Weise der Anordnung der Kohle in der Lampenglocke gemacht werden. Eine geschickte Anordnung in der Glocke ist aus verschiedenen

Gründen sehr wichtig. Einmal soll die fertige Lampe ein symmetrisches, schönes Aussehen erhalten, und außerdem sollen

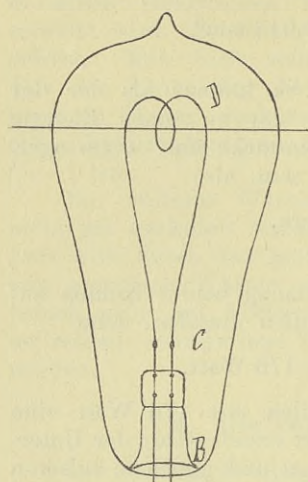


Fig. 91.

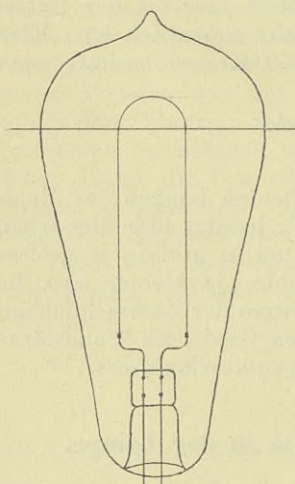
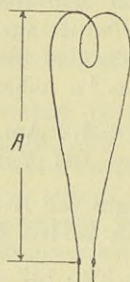
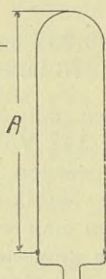


Fig. 92.



die Wandungen der Birne durch den glühenden Faden möglichst gleichmäßig erhitzt werden, um das Zustandekommen von Rissen infolge der ungleichmäßigen Ausdehnung des Glases zu vermeiden.

Man erreicht ein gutes Stehen des Kohlenfadens in der Birne am besten in der Weise, daß man denselben so anordnet, daß die Mitte der Kohlenspirale, ebenso wie die Mitte des eine Bügelkohle abschließenden Kreises genau in der Mitte der weitesten Stelle der Birne steht. In den Figuren 91 und 92 ist ein normales richtiges Befestigen der Kohle in der Lampe veranschaulicht. Es geht hieraus hervor, daß sich die Größe und Form der Glasbirne nach den Verhältnissen der vorhandenen Kohlen richten muß, oder daß umgekehrt, sofern vom Konsumenten eine besondere Form und Größe der Birne gewünscht wird, die Größe und Form der Kohle dem

Glasballon entsprechend gewählt sein muß. Bei dieser Wahl kommt es also darauf an, eine gegebene Fadenlänge, die, wie

gezeigt, bisweilen sehr groß sein kann, in geschickter Weise in der Lampe unterzubringen, so daß die oben angegebenen Grundsätze gewahrt bleiben. Man wird demnach einmal die Bügelform, ein anderes Mal die Spiralforn mit mehr oder weniger Spiralen anwenden müssen. Hierbei hat man noch die Größe des verwendeten Fusses BC (Fig. 91), d. h. die Entfernung von der Einschmelzstelle bei B bis zu der Ankittstelle an die Elektroden bei C in Betracht zu ziehen, so daß also für die Unterbringung des Kohlenfadens die Länge CD übrig bleibt.

Man bezeichnet nun mit Glühhöhe oder Schenkellänge die in den Figuren 91 und 92 angegebene Entfernung A von der Ankittstelle C bis zur Scheitelhöhe D , und mit Leuchtlänge oder Glühlänge die gesamte Länge des Kohlenfadens.

Die umstehende Tabelle gestattet nun mit Leichtigkeit, bei einer infolge der Abmessungen der Birne gegebenen Glühhöhe oder Schenkellänge und bei einer gegebenen Glühlänge der Kohle die Wahl der Form zu bestimmen, d. h. ob Bügelforn oder Spiralforn anzuwenden ist und welche Durchmesser des Bügels oder der Spirale genommen werden müssen. Sie ist aufgestellt für halbkreisförmige Bügelkohlen und kreisförmige Spiralkohlen mit einer, zwei und drei Schleifen. In ähnlicher Weise lassen sich auch Tabellen für Kohlen mit ellipsen-, eiförmigen oder anderen Schleifen aufstellen.

Die Handhabung nebenstehender Tabelle ist eine sehr einfache, die am besten durch einige Beispiele erläutert wird.

Beispiel 1: Zur Verfügung in der Lampenbirne steht für die Kohle eine Länge von 30 mm, die Gesamtlänge der Kohle soll 64 mm betragen. Welche Form bekommt die Kohle? Die Glühhöhe wird 30 mm sein; also enthalten die beiden Schenkel der Kohle $60 \text{ mm} = 2 \times 30 \text{ mm}$ Fadenlänge. Es bleiben demnach noch 4 mm Länge übrig, die noch unterzubringen sind. In der Tabelle findet man diese 4 mm in Reihe II (Bügelforn), und zwar, wie aus Reihe I ersichtlich ist, mit einem Durchmesser von 7 mm. Eine Bügelkohle mit 7 mm Durchmesser und 30 mm Schenkellänge hat also genau eine Länge von 64 mm.

Beispiel 2: Bei einer Glühhöhe oder Schenkellänge von 50 mm ist eine Fadenlänge von 260 mm in der Lampe unterzubringen. Welche Kohlenform ist zu verwenden? Da die Schenkellänge der Kohle 50 mm betragen soll, so sind in beiden Schenkeln $2 \times 50 = 100 \text{ mm}$ enthalten, die verbleibenden 160 mm sind noch unterzubringen. In Reihe V findet man

Durchmesser mm	Bügelform	Einfache Spirale	Zweifache Spirale	Dreifache Spirale
1	0,5	3,71	6,85	9,99
2	1,0	7,42	13,70	19,95
3	1,7	11,13	20,55	29,95
4	2,0	14,82	27,40	39,95
5	2,5	18,55	34,25	49,95
6	3,0	22,25	41,15	60,00
7	4,0	26,00	48,00	70,00
8	4,5	29,65	54,75	79,80
9	5,0	33,35	61,60	90,00
10	6,0	37,10	68,50	99,95
11	6,5	40,80	75,40	109,90
12	7,0	44,50	82,25	119,90
13	7,5	48,20	88,90	129,90
14	8,0	51,90	95,90	139,90
15	8,5	55,60	102,70	149,90
16	9,0	59,40	109,60	159,90
17	9,5	63,20	116,30	169,90
18	10,0	66,80	123,30	179,90
19	11,0	70,50	130,20	189,80
20	11,5	74,30	137,00	199,80
21	12,0	77,90	143,80	200,80
22	12,5	81,50	150,70	219,80
23	13,0	85,20	157,50	229,80
24	13,5	88,90	164,10	239,80
25	14,0	92,60	171,00	249,80
26	15,0	96,40	178,00	259,80
27	15,5	100,10	184,50	269,80
28	16,0	103,80	191,50	279,80
29	16,5	107,00	198,50	289,80
30	17,0	111,10	205,50	299,80

159,9 mm, die einer dreifachen Spirale von 16 mm (Reihe I) entsprechen. Die gesuchte Kohle ist also eine dreifache 16 mm-Spirale mit 50 mm Schenkellänge.

Beispiel 3: Die Glühhöhe einer Kohle von 170 mm Länge ist verlangt zu 30 mm; welche Form erhält die Kohle? $2 \times 30 = 60$ mm sind enthalten in der Schenkellänge der Kohle. Für die übrigen 110 mm können nach der Tabelle gewählt werden entweder eine dreifache Spirale mit 11 mm Durchmesser (109,6 mm), oder auch eine zweifache Spirale mit 16 mm Durchmesser (109,6 mm). Die Wahl muß selbstverständlich dem Schönheitsgefühl des Glühlampentechnikers überlassen bleiben.

Ebenso läßt sich die Tabelle auch umgekehrt anwenden, d. h. aus der gemessenen Schenkellänge, Durchmesser und Anzahl der Schleifen oder Spiralen einer vorliegenden Kohle läßt sich sofort die resultierende Gesamtfadenlänge berechnen.

Beispiel 4: Es liegt eine Kohle vor, deren Glühhöhe 32 mm beträgt und die eine zweifache Spirale mit 12 mm Durchmesser besitzt. Wie groß ist die Fadenlänge der Kohle? $2 \times 32 = 64$ mm Schenkellänge und nach der Tabelle Reihe IV 82,25 mm Länge der zweifachen 12 mm-Spirale. Die Gesamtlänge beträgt demnach 146,25 mm.

Oft hat man schon fertige Kohlen auf Lager von der gewünschten Länge und Durchmesser. Beim Einsetzen in die Birne zeigt sich aber, daß die Kohle mehrere Millimeter zu hoch oder zu tief in der Glocke steht. Man hilft sich dann öfters so, um die langwierige Neuanfertigung der Kohlen zu vermeiden, daß man dann den Fuß, d. h. die Entfernung *BC* in Fig. 91, etwas kleiner oder größer anfertigen läßt, da diese Veränderungen bei weitem nicht so viel Zeit beansprucht als die Herstellung neuer Kohlen.

XIII. Das Präparieren der Kohlen.

A. Das Wesen des Präparierens und die Vorgänge während desselben.

Bringt man einen Kohlenfaden in einer Kohlenwasserstoffatmosphäre oder einem anderen kohlenstoffhaltigen Gas durch den elektrischen Strom zum Glühen, so wird dieses Gas derartig zerlegt, daß sich der freiwerdende Kohlenstoff auf dem glühenden Faden niederschlägt. Dieser elektrochemische Vorgang heist in der Glühkohlenfabrikation „Präparieren“ oder auch „Tränken“.

Das Präparieren beeinflusst nun den Kohlenfaden in sehr verschiedener Hinsicht, und zwar ist diese Beeinflussung von bedeutender Wichtigkeit für die Güte des erzeugten Kohlenfadens und mithin auch für die Lampe. Im folgenden werden die Veränderungen, die der Faden beim Präparieren erleidet, kurz angeführt.

1. Beim Glühen eines Kohlenfadens in einer Kohlenwasserstoffatmosphäre z. B. in Benzindampf wird auf demselben Kohlenstoff abgesondert, und zwar erfolgt diese Abscheidung um so schneller und reichlicher, je höher die im Faden erzeugte Temperatur ist. Da nun bei einem ungleichmäßigen Faden die dünneren Stellen durch den elektrischen Strom zu hellerem Glühen gebracht werden als die dickeren Stellen, die Temperatur also an den dünneren Stellen eine bedeutend höhere ist als an den dickeren, so wird dort naturgemäß rascher und mehr Kohle niedergeschlagen als an den dunkler glühenden dicken Stellen. — Es erfolgt also nach einer gewissen Zeit ein vollständiger Ausgleich der Ungleichheiten auf der ganzen Länge des Fadens. Der Kohlenfaden wird schliesslich auf der ganzen Länge gleich hell glühen. Dieser Ausgleich ist ungemein wichtig, da die helleren Stellen

des Fadens viel eher und leichter zerstört werden und dann die Kohle dort zugrunde geht. Der erste sichtbare Effekt des Präparierens ist demnach der, daß die Kohlen absolut gleichmäßig im Durchmesser gemacht werden und dadurch eine große Widerstandsfähigkeit und Lebensdauer erhalten.

2. Durch das Aufschlagen von Kohlenstoff auf den Faden wird derselbe von einer ringförmigen Schicht abgeschiedener Kohle umgeben. Nach dem Präparieren hat man einen Faden, dessen Seele den ursprünglichen karbonisierten Kohlenfaden darstellt und dessen Mantel aus der abgeschiedenen Kohle besteht. Dieser abgelagerte Kohlenstoff ist nun aber bei Einhaltung gewisser Bedingungen während des Präparierens von graphitartiger Beschaffenheit, dessen elektrischer Widerstand bedeutend geringer ist als der der Fadenseele (um etwa das Sechsfache). Der Widerstand des resultierenden Fadens ist demnach um vieles kleiner als derjenige des unpräparierten Fadens, und zwar wird der Widerstand um so mehr verringert, je dicker die Schicht des abgelagerten Kohlenstoffes ist, je größer also die Menge der abgeschiedenen Kohle im Verhältnis zur Fadenseele ist. Der Gesamtwiderstand des Kohlenfadens wird also durch das Präparieren bedeutend verringert. Hierbei ist noch zu bemerken, daß der Querschnitt des Fadens durch die Absonderung von Kohlenstoff um einen gewissen geringen Betrag vergrößert wird und deshalb auch die Stromstärke verhältnismäßig steigt.

3. Es ist schon beim Karbonisieren der Fäden gezeigt worden, daß der spezifische Widerstand des erhaltenen Kohlenmaterials abhängig ist von der Höhe der beim Glühen im Ofen erzielten Temperatur. Je höher die Temperatur, desto geringer ist der spezifische Widerstand der Kohle. Die Folge ist also, daß bei verschiedenen Endtemperaturen beim Glühen auch die Widerstände der Kohlen verschieden sein werden, so daß man also Fäden von gleichem Querschnitt und gleicher Länge, aber ungleichem Widerstand erhalten würde. Derartige Fäden würden nun, in die Birne eingesetzt, sehr ungleiche Lampen ergeben. Im Präparieren hat man nun ein Hilfsmittel gefunden, die Widerstände einer gleichen Sorte Kohlen genau gleich zu machen, sofern man nämlich das Fortschreiten der Ablagerung von Kohlenstoff auf dem Faden bei einem gewissen gleichen Grade unterbricht. Man erzielt demnach hierdurch auch eine Regulierung des Widerstandes und der Spannung der Kohle.

4. Der auf dem Kohlenfaden abgelagerte Kohlenstoff ist, wie schon erwähnt, von graphitartiger, äußerst dichter Beschaffenheit, sofern man gewisse Vorsichtsmaßregeln beim Präparieren einhält. Er füllt die eventuell in den Fäden befindlichen Poren aus und überzieht die Kohlen mit einer mechanisch äußerst dichten Schicht, die gestattet, dieselben viel höher zu beanspruchen als die unpräparierten Fäden, ohne sie zu zerstören oder zu zerstäuben. Der für die Güte der Lampe wesentlichste Zweck des Präparierens ist also der, daß die Fäden fest und dicht gemacht werden, und daß die Ökonomie der Lampe bedeutend verbessert wird.

5. Auch das Lichtemissionsvermögen des Kohlenfadens wird durch das Präparieren erheblich vergrößert. Der abgesonderte Graphit verleiht dem Faden ein graues, stark metallisches, stahlähnlich glänzendes Aussehen. Diese graue Oberfläche, welche im Gegensatz zu nicht präparierten Fäden typisch ist, strahlt weniger Wärme aus als z. B. eine absolut schwarze, rauhe oder rufsigte Oberfläche. Die durch einen präparierten Kohlenfaden geschickte elektrische Energie wird also viel mehr in Licht und weniger in Wärme umgesetzt als in einem nicht präparierten. Die Ökonomie der Lampe wird demnach auch durch diesen Umstand bedeutend verbessert. So nimmt man auch an, daß der Graphitüberzug des Fadens während des langen Brennens in der Lampe allmählich wieder in amorphe, weniger lichtemissionsfähige Kohle umgewandelt wird und dadurch der spez. Wattverbrauch, abgesehen von anderen Ursachen, sich im gleichem Maße vergrößert.

6. Endlich ist noch zu erwähnen, daß durch das Präparieren die letzten Gasreste, die im Innern des Kohlenfadens enthalten sein könnten, ausgetrieben werden. Die Temperatur des Fadens während des Präparierens ist eine weit höhere als die, welche während des Karbonisierungsprozesses im Ofen erreicht werden kann und begünstigt deshalb den Austritt der Gasreste. Es ist dies wichtig, da diese Gasreste sonst während des Glühens des Fadens in der Lampe entweichen und das Vakuum der Lampe allmählich verschlechtern würden. Die Folge wäre eine merkbare Herabminderung der Lebensdauer.

Um noch einmal zusammenzufassen: Durch das Präparieren der Kohlenfäden in einer Kohlenwasserstoffatmosphäre werden die schädlichen Ungleichheiten der Fäden beseitigt, ein gleicher elektrischer Widerstand und eine gleiche Spannung erzielt

sowie die Lebensdauer und die Ökonomie der Lampe ganz erheblich verbessert. Aus diesem Grunde wird das Präparieren ganz allgemein vorgenommen, da die durch das Präparieren entstehenden Kosten sehr bald durch die erzielte Güte der Lampe und damit auch durch den gerechtfertigten höheren Preis aufgewogen werden.

Die physikalische Beschaffenheit des niedergeschlagenen Kohlenstoffes wird im allgemeinen bedingt durch die Temperatur des Fadens beim Präparieren, durch die zur Verfügung stehende Gasmenge und die Art des verwendeten Kohlenwasserstoffes. Die Dicke der Präparierschicht hängt im wesentlichen von der Höhe der Temperatur und der Länge der Dauer dieses elektrolitischen Prozesses ab.

Es lassen sich nun etwa folgende Grundsätze für das Präparieren der Kohlen aufstellen:

1. Je niedriger die Temperatur im Kohlenfaden während des Präparierens ist, desto langsamer, und je höher die Temperatur ist, desto schneller erfolgt der Niederschlag des Kohlenstoffes.
2. Je größer die Menge des vorhandenen Kohlenwasserstoffes ist, desto schneller wird der Kohlenstoff abgesondert, desto loser und weniger fest ist der Niederschlag; je geringer die Menge des Kohlenwasserstoffgases ist, desto langsamer wird die Kohlenstoffabscheidung bewirkt, desto mechanisch fester und dichter ist aber die niedergeschlagene Kohle.

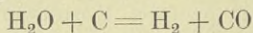
Das Präparieren erfolgt demnach am zweckmäßigsten bei sehr hoher Temperatur und gleichzeitig bei großer Verdünnung des Kohlenwasserstoffgases. Diese Verhältnisse sind jedoch fabrikatorisch nur mit großem Kostenaufwand einhaltbar; je längere Zeit das Präparieren in Anspruch nimmt, desto teurer wird das Verfahren. Man ist deshalb gezwungen, diese Arbeit abzukürzen, soweit die geforderte Güte des Materials es erlaubt. Im allgemeinen dauert jetzt das Präparieren der Kohlen je nach dem Durchmesser 20—30 Sekunden.

Werden die Kohlenfäden bei sehr hoher Temperatur in einer reichlichen Kohlenwasserstoffatmosphäre präpariert, so kann man beobachten, daß der Kohlenstoff sich nicht mehr vollständig in Graphitform, sondern auch rufartig abscheidet. Dieser gebildete Rufs, der sich in feinsten Verteilung an die Wandungen des Präpariergefäßes, die Klemmen zum Halten

der Kohlenfäden und teilweise auch an die Kohlenfäden selbst niederschlägt, wirkt nun in verschiedener Hinsicht recht störend. Der an den Klemmen abgesetzte Ruß bewirkt leicht Kurzschlüsse, der am Faden selbst niedergeschlagene Ruß beeinflusst in sehr nachteiliger Weise die Qualität des Fadens, da er das Zustandekommen eines gleichmäßigen Graphitniederschlages verhindert, während endlich der an den Wandungen des Präpariergefäßes abgesetzte Ruß dieses sehr bald beschmutzt und dadurch die genaue Beobachtung des Präpariervorganges erschwert.

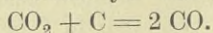
Will man also bei höherer Temperatur die Glühfäden präparieren, so ist es notwendig, die Rußbildung zu verhindern, und zwar erreicht man dies dadurch, daß man den Kohlenwasserstoffdämpfen noch den Dampf eines anderen Körpers beimengt, durch den der Kohlenstoff, der die Neigung besitzt, sich in Rußform abzuscheiden, in unschädliche gasförmige Verbindungen übergeführt wird. Zu diesem Zweck kann man dem zum Präparieren verwendeten Kohlenwasserstoff atmosphärische Luft in bestimmter Menge beimischen. Diese soll eine Oxydation des leichter zersetzbaren Kohlenwasserstoffs herbeiführen.

Nach den Untersuchungen von Siemens & Halske, Aktiengesellschaft, Berlin¹⁾, aber hat dieses Verfahren, welches übrigens eine Rußabscheidung sehr vermindert, den Nachteil, daß der Sauerstoff der Luft auch sehr leicht, zumal bei sehr hohen Temperaturen, die Oberfläche der Fäden verbrennen kann. Besser sind zu diesem Zweck sauerstoffhaltige chemische Verbindungen geeignet, die mit dem in feinsten Verteilung ausgeschiedenen Ruß in Reaktion treten. Ein solcher Körper ist z. B. Wasserdampf, der nach der Formel



den in Rußform abgeschiedenen Kohlenstoff zu Kohlenoxydgas oxydiert. In ähnlicher Weise wirken auch Alkohol und Azeton, wobei zuerst eine Zerlegung dieser Körper unter Wasserabspaltung stattfindet, welches nun im angegebenen Sinne wirkt.

Weitere eingehende Versuche haben nun ergeben, daß in ganz hervorragendem Maße sich zu diesem Zweck die Kohlen-säure eignet. Sie wirkt in der Weise, daß sich mit dem rußförmigen Kohlenstoff Kohlenoxyd bildet nach der Gleichung



¹⁾ D.R.P. 143559 und 143560 vom 19. Juni und 14. August 1900.

Der Hauptvorteil der Verwendung von Kohlensäure liegt einerseits in ihrer Ungefährlichkeit und Billigkeit, andererseits in der Vermeidung aller schädlichen Einflüsse auf die Metallteile des Präparierapparates und in der Möglichkeit, die Kohlensäure in einfachster Weise mittelst Rohrleitungen von einer Zentrale aus den sämtlichen Arbeitsstellen zuzuführen und einen kontinuierlichen Betrieb herzustellen. Außerdem dient die Kohlensäure den Kohlenwasserstoffdämpfen als Vehikel, wodurch eine feinere Abscheidung des graphitartigen Kohlenstoffes und dadurch eine Erhöhung der Haltbarkeit der Kohlenfäden erzielt wird.

In gleicher Weise wirken auch Essigsäure und Öle, wobei zunächst eine Zerlegung dieser Körper unter Kohlensäurebildung stattfindet.

Von ganz besonderer Wichtigkeit ist auch die Art des verwendeten Kohlenwasserstoffes. Zum Präparieren benutzt werden mit Vorliebe Petroleum, Alkohol, Benzol, Benzin, Ligroin, Gasolin und Vaselineöl. Am besten eignen sich die vier zuletzt genannten oder besondere Mischungen derselben. Sehr gute Resultate hat man erzielt mit einem Ligroin von 0,72—0,76 spezifischem Gewicht; dieses Präparat wird deshalb in Deutschland bei weitem am meisten verwendet, während in Amerika vorzugsweise Gasolin von 0,63 spezifischem Gewicht (standard pentan) zum Präparieren der Kohlen dient. In neuester Zeit ist auch der Eisessig (CH_3COOH) als Präpariermittel hinzugetreten, und zwar soll der hiermit erzeugte Kohlenstoffniederschlag ganz besonders dicht und fest sein.

Für starke Kohlen, z. B. für 100 Kerzen, 110 Volt, eignet sich zum Präparieren ganz vorzüglich Vaselineöl, weil dasselbe eine viel geringere Dampfspannung besitzt als alle anderen genannten Kohlenwasserstoffe und daher der Rezipient nur mit einer geringen Menge Vaselineöldampf ausgefüllt ist. Der niedergeschlagene Kohlenstoff ist deshalb sehr fein und dicht. Allerdings beansprucht das Präparieren mittelst Vaselineöldämpfen eine drei- bis viermal längere Zeit als z. B. mit Ligroindampf, ist deshalb auch entsprechend teurer.

Die Widerstandserniedrigung des Kohlenfadens während des Präparierens hängt hauptsächlich von der Menge und der Art des niedergeschlagenen Kohlenstoffes ab. Je länger ein Kohlenfaden in einer Kohlenwasserstoffatmosphäre präpariert wird, desto mehr wird Kohlenstoff in Graphitform auf dem Faden abgesondert, und desto tiefer sinkt der Widerstand.

Einen weiteren Einfluss auf die Reduzierung des elektrischen Widerstandes übt auch die Eigenschaft des niedergeschlagenen Kohlenstoffes aus; je dichter und fester, je graphitähnlicher der Niederschlag erhalten wird, desto niedriger der Widerstand, und je lockerer und poröser derselbe ist, desto geringer die Widerstandserniedrigung.

Es ist also klar ersichtlich, dass die Widerstandsverringering von der Dichte und der Menge des abgeschiedenen Graphitmantels im Verhältnis zur ursprünglichen Kohlenseele abhängig ist. Hieraus lässt sich weiter folgern, dass der Widerstand eines sehr dünnen Kohlenfadens schon durch eine verhältnismässig sehr dünne Schicht aufpräparierter Kohle stark vermindert werden kann, während eine starke Kohle einer bedeutend grösseren Menge abgeschiedenen Kohlenstoffes bedarf, um den gleichen Effekt zu erreichen. Präpariert man z. B. die Widerstände eines sehr dünnen und eines sehr dicken Kohlenfadens um 30 % des ursprünglichen Betrages herab, so wird dieser Effekt bei der dünnen Kohle schon in sehr kurzer Zeit erreicht werden, während die dicke Kohle eine viel längere Zeit, vielleicht die drei- bis vierfache dazu gebraucht.

Im allgemeinen verringert man jetzt den Widerstand der karbonisierten Kohlenfäden um $\frac{1}{3}$ bis $\frac{2}{5}$ des ursprünglichen Betrages. Im folgenden sollen einige Zahlen für die Widerstände von 1 mm Kohlenfadenlänge für verschiedene Durchmesser angegeben werden, und zwar unpräpariert (in dem Zustande, wie die Kohlen den Glühofen verlassen) und präpariert. Zugrunde gelegt wurden Kohlenfäden, die nach dem Nitrozelluloseverfahren hergestellt, bei ca. 1650° C geglüht und mit Lignoïn von 0,76 spezifischem Gewicht präpariert worden waren.

Aus nebenstehender Tabelle ist gleichzeitig ersichtlich, dass durch das Präparieren auch der Querschnitt oder Durchmesser des Fadens um einen allerdings sehr geringen Betrag vergrößert wird. Reduziert man z. B. den Widerstand eines Kohlenfadens von 0,135 mm Durchmesser durch das Präparieren um 30 %, so wächst hier der Durchmesser um 0,005 mm auf 0,140 mm.

Während des Präparierens der Kohlenfäden kommt es bisweilen vor, dass dieselben sich, namentlich die spiralförmigen, deformieren, verkrümmen oder, wie der Glühlampentechniker sagt, „sich verziehen“. Derartige Kohlen sind selbstverständlich zur Verwendung ungeeignet und bedeuten einen grossen Verlust, da die gesamten Herstellungskosten einschliesslich Präparierens

Durchmesser der Kohle vor dem Präparieren mm	Durchmesser der Kohle nach dem Präparieren mm	unpräpariert Ω	präpariert Ω
0,060	0,063	14,00	9,5
0,065	0,069	11,60	7,8
0,070	0,075	11,30	7,5
0,090	0,096	6,50	4,3
0,100	0,105	4,63	3,1
0,140	0,145	2,64	1,7
0,160	0,166	2,03	1,3
0,190	0,198	1,44	1,14
0,200	0,208	1,30	0,87
0,220	0,230	1,10	0,73
0,230	0,238	1,00	0,70
0,270	0,281	0,70	0,50

verloren sind. Tritt nun dieses Verziehen der Kohlenfäden in stärkerem Maße auf, so ist es ratsam, dem Grunde möglichst sofort nachzuspüren und die gemachten Fehler auszuschalten.

Die Ursachen des Deformierens der Kohlenfäden während des Präparierens können sehr mannigfaltige sein. In den meisten Fällen ist die Ursache wohl darin zu finden, daß die Fäden beim Karbonisieren nicht die gewünschte hohe Temperatur erhalten haben. Die Kohlen besitzen deshalb noch einen zu hohen Widerstand, und man ist deshalb genötigt, länger und mit höherem Strom zu präparieren. Hierbei wird die im Faden erzeugte Temperatur außerordentlich hoch, viel höher, als sie der Faden für die Dauer vertragen kann. Es tritt nochmals dabei eine gewisse Schwindung ein, wobei ein Deformieren unvermeidlich wird. Ein weiterer Grund ist, daß überhaupt die Kohlen während des Präparierens übermäßig beansprucht werden und so die Temperatur im Faden zu hoch wird. Eine dritte Ursache ist endlich noch ein zu hoher Aschengehalt der Kohlenfäden. Dieser tritt ein, wenn sehr unreine Rohmaterialien zur Herstellung der Fäden benutzt worden sind, oder wenn die spätere Behandlung, z. B. das Waschen der Fäden, in ungenügender Weise durchgeführt worden ist. Kohlen mit hohem Aschengehalt haben eine viel größere Neigung, sich zu verziehen, als sehr reine Kohlen, wie schon die Versuche auf Seite 79 gezeigt haben.

Ein weiterer Fehler, der sich sehr häufig bemerkbar macht und der noch viel unangenehmer und kostspieliger ist, ist das

„Fleckigbrennen“ der Fäden nach dem Einsetzen derselben in die Lampe. Dieses Fleckigbrennen, d. h. Glühen mit helleren und dunkleren Stellen, ist infolge des sehr hellen Glühens des Fadens während des Präparierens kaum zu beobachten, sondern wird erst sichtbar, wenn der Faden in der später zu beschreibenden Untersuchungsstation zum dunklen Glühen eingeschaltet wird. Diese Lampen sind natürlich nicht verkaufsfähig und deshalb wertlos, weil, wie oben gezeigt worden ist, der Faden an den helleren, sehr hoch beanspruchten Stellen sehr bald durchbrennen wird. Der Konsument hat dann das gute Recht, für derartige Lampen Schadenersatz zu verlangen. Der Grund des Fleckigbrennens ist der, daß der Kohlenfaden während des Präparierens zu hoch erhitzt worden ist und unter Umständen auch etwas zu viel Kohlenwasserstoffgas vorhanden war. Die Widerstandsverringering ist aus diesem Grunde bis zu dem gewünschten Grade zu schnell erfolgt, ohne daß es möglich war, alle Ungleichheiten des Fadens vollständig zu beseitigen. Ein anderer Grund des Fleckigbrennens könnte auch der sein, daß die Präparierschicht nicht genügend fest auf dem Faden gehaftet hat und dann aus irgendwelchen Ursachen stellenweise abgeplatzt ist. Dies tritt sehr gern ein bei starken Fäden. Der Grund ist wohl der, daß die Temperatur im Glühofen nicht die wünschenswerte Höhe erreicht hatte. Die viel höhere Temperatur während des Präparierens ruft nun eine nochmalige Schwindung oder Zusammensinterung der Fadenseele hervor, so daß der sich schon abgesonderte Graphitmantel nicht mehr fest haften kann.

Oft ist es möglich, diesen Schaden wieder zu beseitigen, wenn man den fleckig brennenden Kohlenfaden in der Lampe einem nochmaligen Nachpräparieren unterzieht. Man verfährt dabei so, daß man die Lampe an der Spitze vorsichtig öffnet und dann nach geeignetem Evakuieren und Zuführen von Kohlenwasserstoffgas die Kohle nochmals präpariert. Dieses alles kostet aber sehr viel Geld, und ist man deshalb gezwungen, dahin zu wirken, daß das Präparieren sehr sorgfältig unter Einhaltung genauer Vorschriften durchgeführt wird.

Hier sei gleich bemerkt, daß man auch versucht hat, die durch längeres Brennen in der Lampe schadhaft gewordenen Fäden in geeigneter Weise in der Lampe selbst während des Glühens wieder zu regenerieren, d. h. mit einer neuen Präparierschicht zu versehen. Eins der bekanntesten Verfahren ist das von Dr. Fritz Blau und der Elektrischen Glühlampen-

fabrik „Watt“, Scharf & Co. in Wien¹⁾), welches seiner Bedeutung wegen kurz erwähnt werden soll.

Bekanntlich erleidet der Kohlenfaden einer Glühlampe, besonders einer Lampe mit geringem Wattverbrauch, während des Brennens Schaden; der Widerstand steigt allmählich sowohl durch den durch Zerstäubung eintretenden Materialverlust, d. h. der Querschnitt des Fadens wird geringer, als auch durch das Wachsen des spezifischen Widerstandes. Die Birne wird sich also in gewisser Zeit allmählich bräunen und schwärzen. Dieser letztere Übelstand wird durch die Wahl einer größeren Glasbirne beschränkt; die Zerstäubung des Fadens selbst kann vermieden werden durch eine Füllung mit indifferenten Gasen, z. B. Stickstoff, die dem Zerstäuben einen gewissen Widerstand entgegensetzen, oder auch durch möglichste elektrische Isolierung der Kohlenschenkel.

Andere Mittel, die Zerstäubung möglichst zu verhindern, wenn nicht ganz aufzuheben, bestehen darin, kohlenstoffhaltige Körper in die Lampe zu bringen, die dann verdampfen und Kohlenstoff während des Brennens auf dem glühenden Faden abscheiden. Hierbei hat sich nun herausgestellt, daß z. B. bei Verwendung von Naphthalin ein praktischer Erfolg nicht erzielt werden konnte, da dieser Körper sehr leicht vollständig verdampft und nun die ganze Menge des darin enthaltenen Kohlenstoffes auf den Faden sich niederschlägt und in kurzer Zeit die elektrischen Konstanten der Lampe stark verändert.

Das oben zitierte Patent gibt nun Körper bekannt, die erst bei hoher Temperatur, über 300° C, verdampfen, z. B. Anthracen, Pyren und Chrysen. Das Bild des Präpariervorganges in der Lampe wird hierdurch wesentlich geändert. Die Widerstandsabnahme des Kohlenfadens wird außerordentlich gemäßigt, so daß es nunmehr möglich ist, durch geeignete Wahl der sonstigen Bedingungen dieselbe der natürlichen Erhöhung zum Zerstäuben des Fadens anzupassen. Außer den schon genannten Körpern können mit gleichem Erfolg noch verwendet werden z. B. Perchlorbenzol, Perchlornaphthalin, Perbrombenzol, Akridin und Paracyan. Je nach der in der Lampe herrschenden Temperatur wird die Art und die Menge des in die Lampe gebrachten Körpers verändert; gewöhnlich aber genügen schon wenige Milligramm Substanz.

Diese Körper werden nun langsam zur Verdampfung ge-

¹⁾ D.R.P. 143 200 vom 27. Juli 1901.

bracht und die Kohle auf dem Faden abgeschieden. Hierbei entwickeln sich neue Gase, z. B. aus Kohlenwasserstoffen Wasserstoff, aus Paracyan Stickstoff, aus Halogenverbindungen das betreffende Halogen, z. B. Chlor. Diese Gase leiten die Wärme und verändern durch ihr Entstehen die thermischen Eigenschaften der Lampe. Es ist deshalb sehr wichtig, durch geeignete in die Lampe gebrachte Absorptionsmittel diese Gase möglichst zu entfernen. So kann man z. B. den entstandenen Wasserstoff durch Palladiumschwamm, die Halogene durch kleine Metallmengen mit relativ großer Oberfläche, z. B. Silberfolie, beseitigen.

Es seien noch einige Gesichtspunkte über das Präparieren von einem oder mehreren Fäden in einem einzigen Rezipienten angeführt. Nach dem bisher Mitgeteilten ist es ohne weiteres einleuchtend, daß am besten und gleichmäßigsten präpariert wird, sobald man immer dieselbe Temperatur und dieselbe Art und Menge des Präpariergases anwendet. Diese Bedingungen lassen sich, wie leicht ersichtlich, am besten und genauesten einhalten, wenn immer nur ein einziger Kohlenfaden im Rezipienten präpariert wird. Diese Art des Präparierens ist demnach die beste und wird in den meisten Fabriken auch so ausgeführt.

Selbstverständlich lassen sich auch zwei und mehr Fäden zu gleicher Zeit präparieren. Es ist aber ohne weiteres klar, daß diese Art des Präparierens nicht vorteilhaft ist und ungleiche Resultate ergeben muß. Auch bei der peinlichsten Herstellung und Kontrolle der Fäden ist es unvermeidlich, daß geringe Abweichung im Durchmesser und Leitungswiderstand einer gleichen Sorte Kohlen vorkommen. Werden nun z. B. vier Fäden mit etwas verschiedenem Durchmesser gleichzeitig in einem Apparat präpariert, so wird der stärkste Faden im Durchmesser, der also von den vier Fäden den geringsten Widerstand besitzt, am schnellsten auf den gewünschten Widerstand reduziert werden und dann auch bei Verwendung automatischer Ausschalter am ersten ausschalten. Die anderen drei Fäden werden je nach dem Durchmesser folgend nacheinander ausschalten. Abgesehen davon, daß der erste Faden in diesem Falle die geringste Präparierschicht erhalten hat, wird auch die Art und die Beschaffenheit der abgeschiedenen Kohle auf den vier Fäden ganz verschieden sein, da dieselbe doch wesentlich abhängig ist von der Menge der zur Verfügung stehenden Kohlenwasserstoffdämpfe; denn dem zuletzt glühenden Faden steht die

ganze Menge des Gases zur Verfügung, also die gleiche Menge des Gases, welches im Anfange allen vier Fäden gleichzeitig zum Präparieren diene. Die Spannung der resultierenden Kohlen wird hier ziemlich beträchtliche Differenzen aufweisen; außerdem werden die Kohlen infolge der verschiedenen Beschaffenheit der Präparierschicht auch verschiedene Zerstäubungsfähigkeit beim Brennen in der Lampe ergeben.

Will man trotzdem z. B. vier Fäden in einem Apparat präparieren, so muß man die automatische Schaltung so einrichten, daß immer nur ein Faden glüht, beim erreichten Widerstand ausgeschaltet und dann erst der nächste Faden eingeschaltet wird. Aber auch bei dieser Anordnung ist das Präparieren der Kohlen streng genommen nicht die gleiche. Dem ersten Faden steht ein reines Gas zur Verfügung, wie es durch Vergasung des verwendeten Kohlenwasserstoffes erzielt wird. Bei der Abscheidung des Kohlenstoffes aus dem Kohlenwasserstoffgase entstehen gasförmige Produkte, die nicht mehr präparierfähig sind (z. B. Wasserstoff). Diese Produkte mischen sich nun mit den noch nicht zersetzten Gasen und verändern so die chemische Zusammensetzung um so mehr, je mehr Fäden nacheinander in derselben Menge Gas präpariert werden. Im allgemeinen sind aber die Unterschiede der Eigenschaften des niedergeschlagenen Kohlenstoffes nicht sehr beträchtlich, so daß man die Art des Präparierens, die gegenüber dem Präparieren eines einzigen Fadens in einem Rezipienten eine große Zeitersparnis bedeutet, oft findet. Die Arbeit des Auspumpens und Gaszuführens beansprucht in diesem Falle eben nur den vierten Teil der Zeit, die gebraucht wird zum Präparieren von vier Fäden in vier Rezipienten.

B. Die geschichtliche Entwicklung des Präparierens.

Die Wirkung des Präparierens der Kohlenfäden ist im Anfangsstadium nicht in ihrer ganzen Eigenart erkannt worden, sondern hatte zuerst nur den Zweck, die Ungleichheiten der Fäden, die in der Rohkohle anfänglich viel größer waren als heute, zu beseitigen. Das Präparieren ist eine Erfindung von Sawyer und Man, die am 7. Januar 1879 ein Patent darauf erhielten, nachdem sie 1878 in England das Patent Nr. 4847 erhalten hatten. In der Folgezeit wurden die Vorgänge während des Präparierens schärfer beobachtet und die dadurch erzielte wertvolle Verbesserung der Glühkohlen genauer erkannt.

Am 22. Februar 1881 wurde Hiram Stevens Maxim in Brooklyn ein Patent¹⁾ erteilt, um die Kohlenfäden für elektrische „Inkandeszenzlampen“ von einer gleichmäßigen, genau normierten Lichtstärke, großer Elastizität und Dauerhaftigkeit (Lebensdauer) herzustellen. Nach diesem Verfahren werden die Glühkohlen in einer Atmosphäre von Kohlenwasserstoffen oder anderen kohlenstoffhaltigen Gasen der Einwirkung des elektrischen Stromes ausgesetzt, um den bei der folgenden Zersetzung in einem äußerst fein verteilten Zustand entstehenden Kohlenstoff auf denselben abzulagern. Hierbei tritt eine Verringerung des Widerstandes ein und eine beträchtliche Erhöhung der Lichtausbeute. Um festzustellen, wann der richtige Widerstand erreicht worden ist, wird eine Normallampe in den Stromkreis mit eingeschaltet.

Maxims Präpariermethode wird in einfacher Weise durch Fig. 93 veranschaulicht. AA' sind die Hauptdrähte der Leitung, die von der Batterie B ausgehen. C ist eine von der Hauptleitung abgezweigte Normallampe und D eine zu regulierende Kohle, die der Normallampe C parallel geschaltet ist. Die Kohle D muß von denselben Dimensionen sein, wie die in der Lampe C , hat aber einen höheren Widerstand. Sie ist in eine Glasglocke eingesetzt, welche ein Ausgangsrohr F besitzt. Durch dieses Rohr wird die Glocke bei S mittelst eines luftdichten Verschlusses mit einem Pumpenrohr H verbunden. J ist ein Gefäß, welches Gasolin usw. enthält, das durch K gefüllt werden kann. Dieses Gefäß steht mit der Luftpumpe durch die Rohre LM und H und durch den Hahn N in Verbindung. Die Wirkungsweise ist nun folgende. Nachdem der Hahn N geschlossen ist, wird die Luft aus der Glocke E vollständig ausgepumpt und hierauf die Kohle D durch den elektrischen Strom zum Glühen gebracht, um die eventuell am Faden und an der Glocke noch haftende Luft auszutreiben. Nachdem dies erreicht worden ist, läßt man durch Öffnen des Hahnes N Gasolindampf in die Glocke E so lange treten, bis ein gewünschter Druck erzielt worden ist. Da nun die Kohle D einen höheren Widerstand als die Kohle C besitzt, so wird durch D ein kleinerer Teil des Stromes fließen als durch C , D wird also dunkler glühen als C . Sobald aber der Widerstand des Fadens D durch das jetzt erfolgende Niederschlagen von Kohle sinkt, so gestattet er allmählich einen stärkeren

¹⁾ D.R.P. 15301 vom 22. Februar 1881.

Stromdurchlaß, die Lichtstärke nimmt langsam zu, bis die gleiche Lichtstärke wie bei der Normallampe erreicht worden ist. Bei diesem Punkte wird das Präparieren unterbrochen.

Anstatt die Normallampe und die zu präparierende Kohle parallel zu schalten, kann man beide auch hintereinander an-

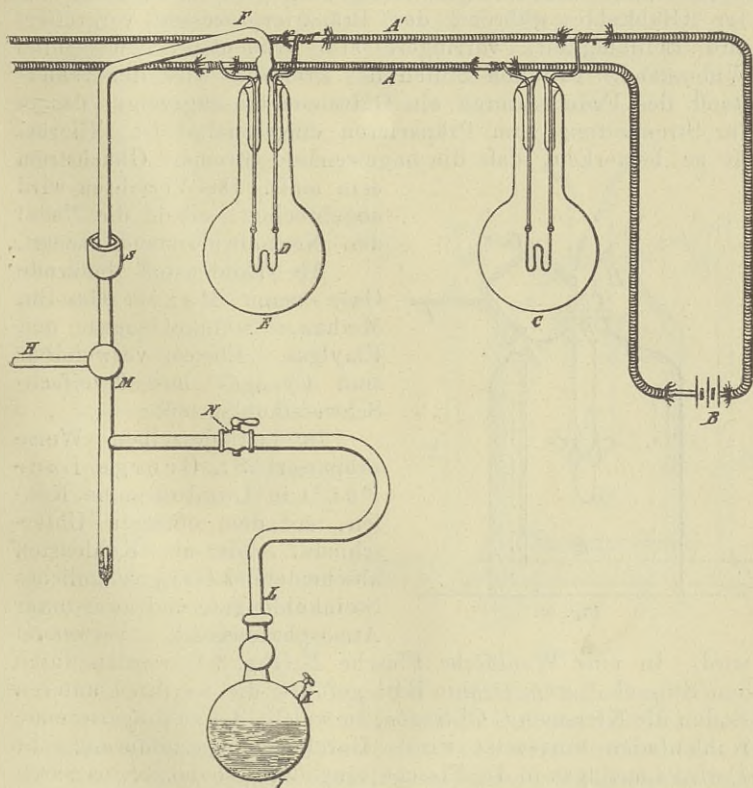


Fig. 93.

ordnen. In diesem Falle wird das Umgekehrte eintreten. Der ganze Strom geht hier sowohl durch D als auch durch C ; da D nun einen höheren Widerstand besitzt, so wird diese Kohle jetzt heller glühen als C und nun langsam, entsprechend dem Aufschlagen von Kohle, dunkler werden.

Endlich läßt sich dasselbe Resultat auch durch Anwendung

eines Galvanometers erreichen. Bei Fäden von gleichen Strahlungsflächen, auf welche derselbe Strom einwirkt, hängt die Lichtstärke eines jeden von seinem Widerstande ab; sie werden also bei gleichem Widerstande gleiche Lichtstärke besitzen, sofern sie außerdem die gleichen Dimensionen (Oberfläche usw.) haben. Die Ablagerung von Kohlenstoff auf der Glühkohle während des Präparierprozesses vergrößert ihre Leitfähigkeit, verringert also dementsprechend ihren Widerstand. In allen Stufen des Prozesses wird der Widerstand des Fadens durch ein Galvanometer angezeigt, das in der Stromleitung zum Präparieren eingeschaltet ist. Hierbei ist zu bemerken, daß die angewendete Stromart Gleichstrom

sein muß. Das Verfahren wird abgebrochen, sobald die Nadel den Normalwiderstand anzeigt.

Als Kohlenstoff liefernde Gase nennt Maxim Gasolin, Methan, Steinkohlengas und Elaylgas. Ebenso verwendbar sind Cyangas und Zweifach-Schwefelkohlenstoff.

In fast derselben Weise präpariert St. George Lane Fox¹⁾ in London seine Kohlen, mit dem einzigen Unterschiede, daß als Kohlenstoff abscheidendes Gas gewöhnliches Steinkohlengas, und zwar unter Atmosphärendruck verwendet

wird. In eine Woulffsche Flasche *E* (Fig. 94) werden durch den Stöpsel *A* zwei Drähte *BB'* geführt, die an ihren unteren Enden die Klemmen *C C'* tragen, in welche der zu präparierende Kohlenfaden eingesetzt wird. Durch das Gaszuführungsrohr *F* wird Leuchtgas in die Flasche eingeleitet so lange, bis sämtliche Luft in der Flasche verdrängt worden ist und reines Leuchtgas durch das Rohr *G* austritt. Das ausströmende Gas wird am besten angezündet und so unschädlich gemacht. Von diesen Flaschen können nun eine ganze Reihe zusammengeschlossen werden, derart, daß, sobald der Faden in der ersten Flasche auf den gewünschten Widerstand reduziert worden ist,

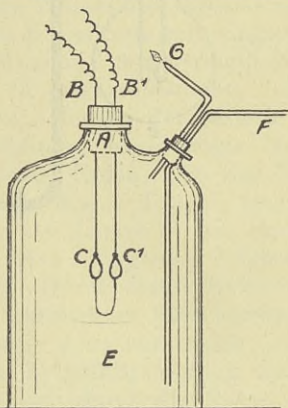


Fig. 94.

¹⁾ D.R.P. 21448 vom 15. April 1882.

durch einen einfachen Hebelumschalter der Faden in der zweiten Flasche zum Glühen gebracht werden kann u.s.f. Das Fortschreiten des Präparierens wird durch ein Galvanometer kontrolliert.

Später wurde die Justierung der Kohlenfäden weiter vervollkommen. So wurde z. B. folgender Apparat (Fig. 95) verwendet. *A* ist eine sauber abgeschliffene Glasflasche, durch deren Boden zwei Rohre *B* und *C* führen und dort gut eingekittet sind. *B* ist mit einer Vakuumpumpe verbunden, während durch *C* das nötige kohlenstoffhaltige Gas zugeführt wird. Die Flasche ist auf einem Tisch montiert, der die beiden Träger *D* und *D'* besitzt, an welchen wiederum bewegliche Metallstücke *E* und *E'* befestigt sind, welche durch die Federn *F* und *F'* kräftig nach unten gezogen werden. *G* ist eine sauber abgeschliffene Platte aus Vulkanfiber oder dergleichen, durch welche luftdicht die Stromleitungsdrähte *H* und *H'* geführt worden sind. Diese tragen die Klemmen *J* und *J'*, in welchen der Kohlenfaden *K* befestigt worden ist. Zur besseren

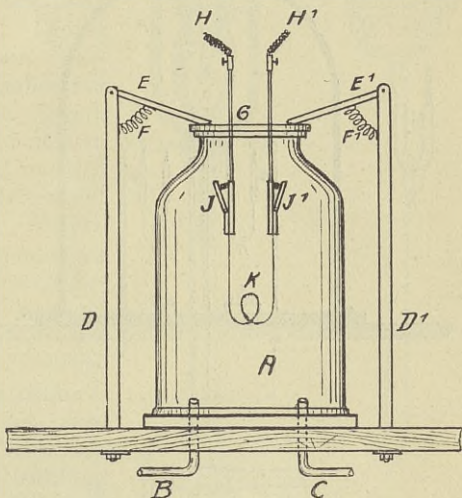


Fig. 95.

Abdichtung des ganzen Apparates wird die Platte *G* mit einem Fett bestrichen. Nachdem nun durch *B* die Luft aus dem Rezipienten *A* vollständig ausgepumpt worden ist, wird durch *C* die nötige Menge Präpariergas eingelassen, und das Präparieren beginnt.

Eine spätere bessere Ausführungsform ist die in Fig. 96 angegebene. *A* ist der Glasrezipient, der am Boden genau abgeschliffen ist und auf der Gummischeibe *B* ruht. Zur sicheren Abdichtung wird der geschliffene Fußrand der Glasglocke *A* mit einer Mischung von Wachs und Wollfett eingefettet. Das Ganze ist auf dem Tisch *C* montiert, der am besten aus einer glatten Eisenplatte besteht. Durch den Tisch und die Gummipatte ist luftdicht das Metallrohr *D*

in den Rezipienten geführt, welches den Zweiweghahn E trägt, der einmal die Verbindung mit der Luftpumpe und das andere Mal mit der Außenluft herstellt. In Fig. 96 a ist dieser Zweiweghahn deutlicher dargestellt. In gleicher Weise führen in den Rezipienten die Stromzuleitungsdrähte F und F^1 , die die Klemmen G und G^1 für das Einspannen der Glühkohlen H und H^1 tragen. Diese Klemmen bestehen aus zwei Messingstücken, die im Scharnier beweglich sind und durch

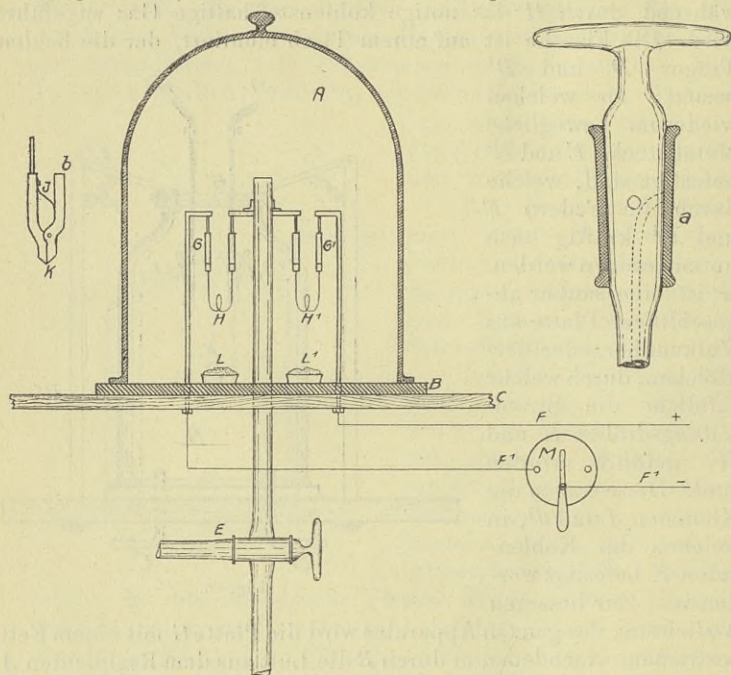


Fig. 96.

die Feder J (Fig. 96 b) zangenartig bei K zusammengepreßt werden. Bei dieser Konstruktion lassen sich zwei Kohlen auf einmal präparieren. L und L^1 sind kleine Porzellanschalen, die mit dem Kohlenwasserstoff, z. B. Benzin, getränkt worden sind. Sind nun die Kohlen in den Klemmen befestigt, so wird der Glasrezipient darüber gesetzt und leer gesaugt (auf 1,3—1,4 mm Druck Quecksilbersäule). Das in den Schwämmen befindliche Benzin gelangt nun infolge seiner großen Dampftension zur Vergasung. Jetzt wird mittelst des Schalters M der Strom ge-

geschlossen, und die Kohlen kommen zum Glühen, das Präparieren beginnt. Ist nun der Widerstand der Kohlen infolge des Aufschlagens von Kohlenstoff auf das richtige gewünschte Maß reduziert worden, so wird der Strom unterbrochen und durch eine Drehung des Hahnes *E* Luft in den Rezipienten gelassen. Dieser kann nun abgehoben und neue Kohlen eingeklemmt werden.

Eine eigenartige Konstruktion eines Präparierapparates, bei welchem eine Pumpe zur Erzielung des nötigen Vakuums überflüssig war, zeigt Fig. 97. Dieser Apparat besteht aus dem Glasrezipienten *A*, in den sauber der Schliff *B* eingeschliffen ist. Durch *B* gehen, luftdicht eingeschmolzen, die beiden Elektroden *C* und *C*¹, die die Klemmen zum Halten der Kohle *D* und *D*¹ tragen. An den Rezipienten *A* ist ein umspannener Gummidruckschlauch befestigt, der am anderen Ende mit der Glaskugel *G* verbunden ist. Den Rezipienten *A* umgibt ein Glasgefäß *E*, welches bei *F* mit einem dicken Gummischlauch wasserdicht mit dem Rohr des Rezipienten verbunden ist, und in welches zur Abkühlung des heiß gewordenen Rezipienten kaltes Wasser gegeben wird. In die Kugel *G* wird genügend

Quecksilber gebracht, und in den Rezipienten *A* Vaselineöl. Beim Heben der Kugel *G* steigt das Vaselineöl bis über den Schliff, so daß beim erfolgenden Einsetzen des Schliffes *B* mit der angeklemmten Kohle das Vaselineöl bis über den Schliff steigt und der ganze Rezipient vollständig mit dem Öl ausgefüllt ist. Wird die Kugel *G* gesenkt, so sinkt auch das Vaselineöl in dem Rezipienten *A* bis unter den Kohlenfaden herab. Es entsteht ein luftleerer Raum, der der Tension des Öles entsprechend mit Vaselineöldämpfen angefüllt ist. In diesem öldampferfüllten Raume geht beim Hindurchschicken von Strom das Präparieren der Kohle vor sich.

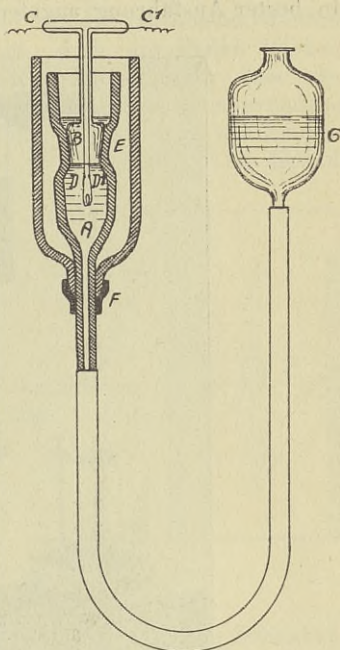


Fig. 97.

C. Das moderne Präparierverfahren.

Das Präparieren wird heute in ähnlichen Apparaten, wie in Fig. 96 angegeben, ausgeführt. Einen der neuesten Präparierapparate, der von der bekannten Spezialmaschinenfabrik für Glühlampenfabrikation von Johannes Prigge, Augsburg-Lechhausen, in bester Ausführung angefertigt wird, zeigt uns Fig. 98. Der-

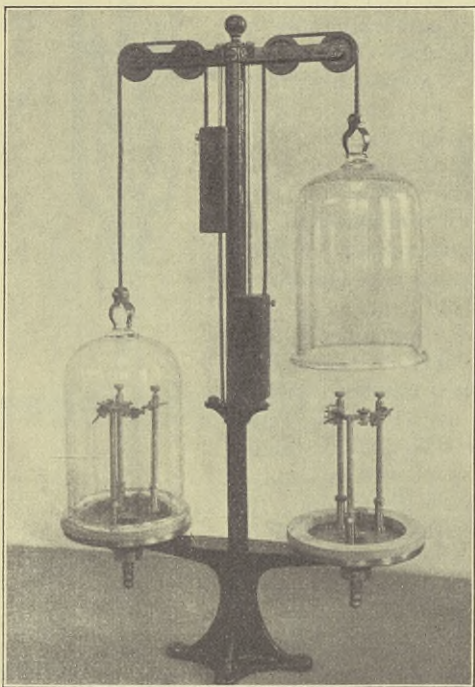


Fig. 98.

selbe kann verwendet werden zum Präparieren eines einzelnen als auch mehrerer Kohlenfäden nacheinander. Die notwendige Menge Kohlenwasserstoff wird aus einem mit Hahn abschließbaren Glasgefäß, dessen Leitungsrohr luftdicht in den Rezipienten tritt, zugeführt. Außerdem ist zur Feststellung des im Rezipienten befindlichen Druckes ein Quecksilbermanometer angebracht.

Nachdem die Kohlenfäden in Bündeln vom Karbonisieren gekommen sind, werden dieselben mit Benzol oder Ligroin gewaschen, um die noch anhaftenden Kohlenstäubchen vollständig zu entfernen. Es ist dies durchaus notwendig, weil die anhaftenden Stäubchen ein festes Anhaften der Präparierschicht verhindern und dann ein lästiges Abplatzen dieser Schicht veranlassen. Nachdem die Bündel getrocknet worden sind, werden dieselben aufgemacht d. h. die Fäden werden aus den Bündeln herausgenommen. Sie werden nun abgeschnitten oder abgebrochen auf ihre bestimmte notwendige Länge, und zwar werden gewöhnlich 4 mm Länge auf beiden Schenkeln zu der berechneten Länge zugegeben. Der Grund hierzu ist folgender: Beim Präparieren wird wegen der starken Wärmeableitung durch die Klemmen der Kohlenfaden an den beiden Schenkeln dunkler glühen als in dem übrigen Faden. Die naturgemäße Folge ist, daß dort weniger Kohlenstoff niedergeschlagen wird, daß also der Faden dort dünner bleibt als im übrigen Teil des Fadens. Beim Glühen in der fertigen Lampe würde dann der Faden an diesen Stellen heller leuchten und dort bald zerstört werden. Bei der erwähnten

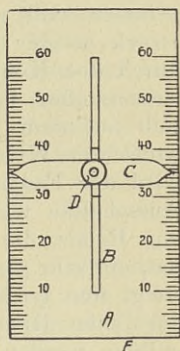
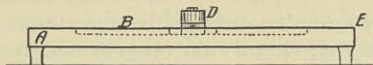


Fig. 99.

Anordnung
aber werden
nach erfolgtem

Präparieren die zuerst zuviel genommenen 4 mm pro Schenkel, die wenig Präparierschicht erhalten haben, abgebrochen, so daß man jetzt die richtige Länge erhält.

Das Abbrechen der Kohlen geschieht am bequemsten mit Hilfe der in Fig. 99 angegebenen Vorrichtung. *A* ist eine Metallplatte, auf welcher der im Schlitz *B* verschiebbare Zeiger *C* angebracht worden ist. Auf dem Zeiger *C* ist in der Mitte ein Metallteil *D* angebracht, der dem jeweiligen Spiraldurchmesser der Kohle entspricht und auswechselbar ist. Dieser Metalldorn *D* kann durch eine Schraube arretiert werden. Will man z. B. eine Kohle mit 16 mm Spirale mit einer Schenkellänge von 37 mm abbrechen, so schraubt man zuerst einen Metalldorn von 16 mm auf, legt die Spirale der Kohle um den Dorn und schiebt den Zeiger auf 37 mm der angebrachten

Skala. Dann zieht man die Kohle fest um den Dorn, so daß sie fest anliegt und bricht die Schenkel an der Kante der Metallplatte bei *E* mit den Fingern ab.

Nachdem die Fäden abgebrochen worden sind, werden sie auf den Durchmesser geprüft und genau sortiert, da ja die Spannung und die Ökonomie der Lampe von der sorgfältigen Bestimmung des Durchmessers und der Länge abhängt. Verwendet wird gewöhnlich ein Mikrometer, das die Teilung eines Millimeters in 100 Grad angibt. Nach dem Messen wird die Kohle in der Präparierklemme befestigt, der Rezipient luftdicht darüber gesetzt und nun ein möglichst hohes Vakuum vermittelt einer gut saugenden Maschinenluftpumpe erzeugt. Hierauf werden Kohlenwasserstoffdämpfe in den Rezipienten gelassen und nach Schließen des Hahnes bis auf 1—1,5 mm Druck wieder leer gesaugt. Jetzt wird elektrische Energie durch den Kohlenfaden geschickt; die Zersetzung des Kohlenwasserstoffes beginnt: der abgeschiedene Kohlenstoff schlägt sich auf dem glühenden Faden so lange nieder, bis ein gewünschter Widerstand erreicht worden ist. In diesem Moment wird der Faden selbsttätig ausgeschaltet. Dieses automatische Ausschalten wird jetzt erreicht durch zweckmäßige Anordnung von Relais, die sehr sicher arbeiten, so daß man die Gewissheit hat, ein sehr gleichmäßiges Produkt zu erhalten. Der Gasdruck steigt nun im Rezipienten infolge der durch das Glühen hervorgerufenen Hitze und kann am angebrachten Manometer abgelesen werden. So steigt z. B. der Druck beim Präparieren von Fäden für

	5 HK	110 Volt	um	5 mm
10	"	110	"	7—8 "
16	"	110	"	8—9 "
25	"	110	"	9—10 "
32	"	110	"	10—12 "

also um so mehr, je größer die erzeugte Wärmemenge ist. Der Inhalt des Rezipienten betrug bei diesen Feststellungen ca. 3 l. Nach dem Ausschalten wird Luft in den Rezipienten gelassen, die Glocke abgehoben, der präparierte Faden herausgenommen und an dessen Stelle ein neuer eingesetzt.

Der Widerstand des unpräparierten Fadens wird jetzt größtenteils um ein Drittel bis zwei Fünftel seines ursprünglichen Betrages herunter präpariert. Hat also ein unpräparierter Kohlenfaden einen Durchmesser von 0,135 mm und eine Länge von 205 mm, während der Leitungswiderstand 560 Ohm beträgt,

so wird derselbe Faden präpariert einen Widerstand von 350 bis 360 Ohm haben und dann eine Lampe von 100 Volt 16 Kerzen bei 3,5 Watt pro Kerze ergeben. Bei dieser Art des Präparierens wird der Durchmesser des Fadens um $\frac{1}{2}$ bis $\frac{2}{3}$ Hundertstel millimeter vergrößert, also von 0,135 mm auf etwa 0,140 mm anwachsen.

Derselbe Faden würde übrigens unpräpariert in der Lampe bei Erzielung von 16 Kerzen folgende Daten ergeben: 16 Kerzen 135 Volt bei 3,9 Watt pro Kerze.

D. Die Kontrolle des Widerstandes der präparierten Fäden.

Um auch Gewissheit zu erlangen, daß die Kohlen den für ihren Zweck notwendigen Widerstand erreicht haben, ist es unerlässlich, dieselben nochmals sorgfältig zu prüfen und dann zu sortieren, wobei Abweichungen von 2—3% gestattet sind. Soll also eine Kohle für 16 Kerzen und 100 Volt einen Widerstand von 360 Ohm haben, so werden die Kohlen mit 355 bis 365 Ohm Leitungswiderstand für die angegebene Spannung (100 Volt) für gut befunden und dürfen in die weitere Fabrikation gegeben werden.

Die Kontrolle auf den Leitungswiderstand wird mittelst einer Wheatstoneschen Brücke in Verbindung mit einem Differentialgalvanometer oder mit einem direkt zeigenden Ohmmeter ausgeführt.

Die Anordnung einer Wheatstoneschen Brücke zeigt Fig. 100. *A* ist ein Zweigwiderstand und *B* ein Rheostat. Beides sind künstliche Widerstände, deren einzelne Teile im Widerstand wie die Gewichte einer Wage abgestuft sind, und die durch Stöpsel leitend verbunden werden können. *C* ist ein Differentialgalvanometer, *E* ist der zu messende Kohlenfaden, *D* und *D*¹ sind die Klemmen, in die der Kohlenfaden eingespannt ist, und *F*¹ ein Stöpsel, der, in den Metallteil *F* eingesteckt, die Verbindung zwischen Kohlenfaden, Brücke, Batterie (8—10 Volt) und Galvanometer herstellt. Nachdem die Kohle eingeklemmt worden ist, wird der Stöpsel *F*¹ in die Unterbrechung *F* eingesteckt und dann z. B. zum Messen der Widerstände von 100—999 Ohm aus dem Zweigwiderstand *A* zwei gegenüberliegende Stöpsel 100 zu 100 herausgezogen. Jetzt zieht man aus dem Rheostaten *B* so lange Stöpsel, bis der Zeiger des Differentialgalvanometers auf 0 steht. War es

z. B. nötig, die Stöpsel 200, 100, 50 und 10 herauszuziehen, so hatte die Kohle einen Leitungswiderstand von $200 + 100 + 50 + 10 = 360$ Ohm. Schneller zum Ziele führt das Messen des Widerstandes mit einem direkt anzeigenden Ohmmeter, von dem eine Ausführung in Fig. 101 angegeben ist: *A* ist das Ohmmeter mit dem Zeiger *C*, welcher auf einer Skala spielen kann. *B* ist eine Regulierschraube und *D* ein Umschalter. *L* ist ein beweglicher Metalltaster, der durch Auf-

BATERIE von 8-10 VOLT

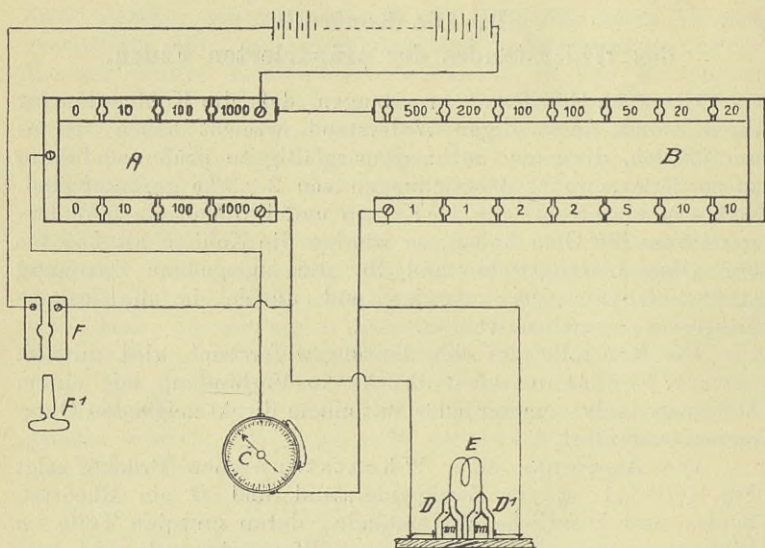


Fig. 100.

drücken mit dem Finger einmal die Verbindung zwischen *E* und *F* (Ohmmeter kurz geschlossen) und ein zweites Mal zwischen *F* und *G*, also durch *H*, die Klemmen *J* und *J*¹ mit der zu messenden Kohle *K* herstellt. Zum Betriebe des Apparates ist eine Batterie von 4—10 Volt nötig.

Zum Messen des Widerstandes der Kohle *K* wird dieselbe in die Klemmen *J* und *J*¹ gebracht. Man beläst nun zuerst den Umschalter *D* in der in der Figur angegebenen ausgezogenen Stellung, drückt auf den Taster *L* derart, daß die Verbindung zwischen *E* und *F* hergestellt ist und reguliert mit der Schraube

B so lange, bis der Zeiger *C* auf 0 steht. Ist dies geschehen, so stellt man den Umschalter *D* in die punktierte Stellung ein, drückt auf den Taster *L*, so daß *F* und *G* verbunden ist und kann nun den Widerstand in Ohm auf der Skala direkt ablesen.

BATERIE von 4 VOLT

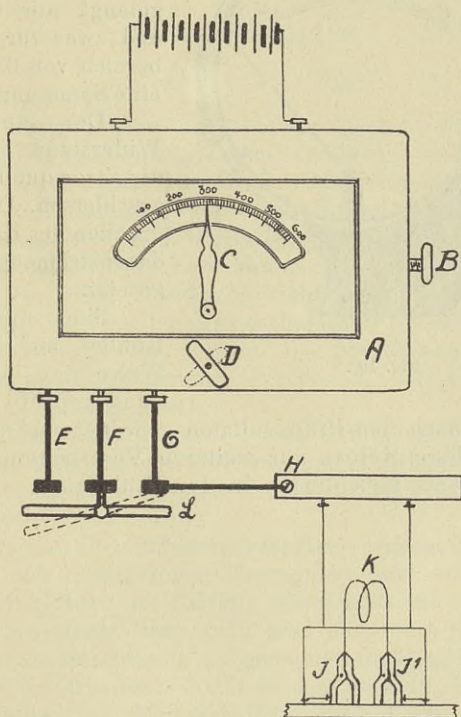


Fig. 101.

Ein anderes sehr brauchbares Ohmmeter der Firma Dr. Th. Horn, Großzschocher-Leipzig, zeigt Fig. 102. Dieses Instrument beruht auf der ablenkenden Wirkung einer festen Stromspule auf die Kraftlinien eines von einem Elektromagneten erzeugten Feldes, dessen Erregerspulen von derselben Spannung gespeist werden, wie die ablenkende Spule. Auf einem Eisenstäbchen ist stabil ein Zeiger angebracht, der sich entsprechend

der Ablenkung der Kraftlinien einstellt. Da sich beim Wachsen oder Fallen der Betriebsspannung das Feld des Elektromagneten

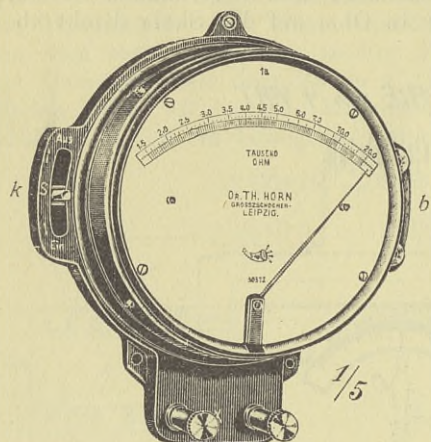


Fig. 102.

verstärkt oder schwächt, so sind die Angaben des Instrumentes vollkommen unabhängig von der Spannung. Zur Verwendung gelangt nur Gleichstrom, und zwar für einen Meßbereich von 0—1000 Ohm eine Spannung von 10 Volt.

Der zu messende Widerstand wird bei *x*, die Stromquelle bei *b* angeschlossen. Durch Herabdrücken des Hebels *K* wird das Instrument in Tätigkeit gesetzt.

Sind nun sämtliche Kohlen auf irgend eine Weise auf ihren Widerstand geprüft worden, so

werden sie nach den Prüferesultaten geordnet und gelangen als gute brauchbare Kohlen zur weiteren Verarbeitung, d. h. zur Verwendung als Leuchtfaden in der Glühbirne.

Schlusswort.

In den vorstehenden Ausführungen glaubt der Verfasser, die heutige Glühkohlenfabrikation genügend ausführlich dargestellt zu haben. Ohne Zweifel bietet dieselbe viele Schwierigkeiten, die mit Geschick und Beobachtungsgabe überwunden werden müssen, um ein den heutigen Ansprüchen genügendes gutes und gleichmäßiges Fabrikat zu erzeugen. Der Kohlenfaden hat bis zu seiner Vollendung viele Stadien durchzumachen, vielleicht mehr als viele anderen technischen Erzeugnisse. Ganz besondere Schwierigkeiten bieten die Herstellung der Masse, das Spritzen und Karbonisieren der Fäden. Die Fehlerquellen sind demnach sehr zahlreich.

Wie schon erwähnt wurde, sind die Glühlampenfabriken bestrebt, ihre Fabrikationserfahrungen und Arbeitsweisen möglichst geheim zu halten. Dies erscheint dem Verfasser als ein großer Fehler.

Ebenso wie die Glühlampenfabriken einen Ring gebildet haben, um den Preis ihrer Erzeugnisse auf einer gewissen nutzbringenden Höhe zu halten, ebensogut und mit großem Vorteil könnte dieser Ring auch eine besondere gemeinschaftliche Fabrik zur Herstellung der gesamten im Ring verbrauchten Kohlenfäden unterhalten. Nicht allein, daß die Gesamtkosten der Fabrikation für den einzelnen Teilnehmer in ganz erheblichem Maße reduziert würden, wenn man z. B. bedenkt, daß jährlich von den Glühlampenfabriken Unsummen für Versuche auf diesem Gebiete ausgegeben werden, so müßte auch naturgemäß der erzeugte Kohlenfaden durchschnittlich ein besserer sein. Jetzt zersplittern sich die Kräfte der einzelnen Glühlampenfabriken, und diese sind außerdem bestrebt, jede Neuerung möglichst geheim zu halten. Bei einem gemeinschaftlichen Kohlenbetrieb dagegen müßten diese Erfahrungen der einzelnen Chemiker und Techniker zu dem Ergebnis führen,

dafs durch geschickte Kombinationen das Endresultat ein viel besseres und einheitliches Produkt ist. Es ist andeutungsweise angegeben worden, dafs das elektrische Glühen der Fäden eine Kohle ergibt, die wirklich längere Zeit eine Belastung von 2,5 Watt pro Kerze aushält, ohne in zu schädlichem Mafse zu zerstäuben, und ausserdem ist mitgeteilt worden, dafs dieses Glühen bisher noch nicht im grofsen vorgenommen werden konnte, weil die Unkosten im Verhältnis zum Preise der Lampe zu grofse sind. Auf diesem Gebiete z. B. könnte ein gemeinschaftliches Arbeiten bei geteilten Versuchskosten schon gute Resultate ergeben, die um so wichtiger wären, ein je niedrigerer Wattverbrauch pro Kerze erzielt werden könnte. Eine Kohlenlampe mit 2,0 Watt pro Kerze bei einer Nutzbrenndauer von durchschnittlich 6—800 Stunden liefse sich selbstverständlich nicht so leicht durch neue Erfindungen verdrängen, zumal da die Versandfähigkeit und die Stabilität gegen Stofs und Schlag bei der Kohlenlampe eine bei weitem gröfsere ist als z. B. bei den meisten Systemen von Metallfadenlampen. In letzter Zeit nun haben die Metallglühfadenlampen, wie z. B. Tantal-, Osmium- und Wolframlampe, als auch die Lampen mit Leitern zweiter Klasse, z. B. Nernstlampe, und schliesslich auch die Quecksilberdampf lampen so bedeutende Fortschritte gemacht und sind wegen ihres geringen spezifischen Wattverbrauches beim Konsumenten so beliebt geworden, zumal diese Lampen auch für hohe Spannungen (220 Volt) hergestellt werden können, dafs die Befürchtung begründet ist, dafs die Kohlenfadenglühlampe allmählich langsam verdrängt werden wird. Dieses langsame Absterben läfst sich wirklich nachweisen und wird um so rapider eintreten, je weniger man bestrebt ist, einen Kohlenfaden von den oben bezeichneten Qualitäten herzustellen. Immerhin mufs zugegeben werden, dafs die Kohlenfadenglühlampe für bestimmte Zwecke niemals vollständig ausgeschaltet werden kann, und dafs wahrscheinlich noch Jahrzehnte vergehen werden, bis sie für die Allgemeinbeleuchtung gänzlich verschwunden ist.



Namenregister.

**Aktiengesellschaft für elektrische
Glühlampen**, Budapest, 21.

**Allgemeine Elektrizitätsgesell-
schaft**, Berlin, 9, 58, 68, 93,
120, 132.

Andrée 7.

Auer v. Welsbach 19.

Baum 21.

Bemberg 48.

Bernstein 14.

Blau 154.

Blondel 23, 24.

Boehm 24.

Bowen 22.

Chambers 16.

Chardonnay 83.

Chertemps 18.

Clegg 20.

Crookes 7.

Cruto 8.

Dannert 24.

Despaissis 47.

Douglas-Willan 22.

Edison 1, 4, 23.

Elektrische Glühlampenfabrik
„Watt“, Scharf & Co., Wien,
155.

**Elektrotechnische Fabrik „Cann-
stadt“** 26.

Friedrichs 9.

General Electric Company 25.

Girard 130.

Hobby 106.

Holborn & Wien 128.

Horn 169.

Howell 132.

Hughes 16.

Jodlbauer 86.

Konsortium Mulhousien 46.

Lane-Fox 160.

Langhans 19, 21, 23.

Le Chatelier 128.

Lodigine 23.

Lüdecke & Co. 65.

Lunge 32, 34, 35.

Lunge & Weintraub 33.

Mace 20.

Maxim 23, 158.

Mercks Jahresberichte 35.

Moissan 23.

Pauly 47.

Pintsch 76.

Prigge 154.

Powell 44.

Ram 46.

Richter 82.

Robertson 8.

Sawyer & Man 1, 157.

Schäffer & Budenberg 127.

Schulze 127.

Sellon 126.

Seger 129.

Siemens & Halske 12, 57, 58, 65, 150.

Smith 8.

Somzée 24.

Stearn 49, 107.

Stiens 22.

Street 130.

Süvern 83.

Swan 4. 10. 30. 106.

Swinburne 6.

Tibbits 25.

Todtenhaupt 49.

Urbanitzky 126.

Vereinigte Glanzstofffabriken
Elberfeld, 48.

Weber, H., 36.

— H. F., 134, 135.

Weston 9.

Wetter 27.

Weintraub 32.

Wielen 35.

Wilcox 25.

Wynne 44.

Zanni 19.

Zirkonglühlampenwerk Dr. Holle-
freund & Co. 24.

Sachregister.

Abbrechen der Kohlenfäden 165.

Abschneiden der Fäden 98.

Aluminiumsalze, Imprägnieren mit 20.

Alkalikarbonat 34.

Amyloidfäden 4, 13.

Anordnung der Kohle in der
Lampe 141.

Aufwickeln der Fäden 88.

Aufwickelmaschinen 92.

Ausschlagen der Kohlen 116.

Bambusrohr als Fadenmaterial 1.

Baumwolle 43.

Berechnung der Kohlen 133.

Biegeapparate 103.

Biegedorn 103.

Biegen der Fäden 103.

Bor, Fäden aus 23.

Borate der Alkohole, Imprägnie-
ren mit 24.

Brucinsulfat 84.

Calciumsalze, Imprägnieren mit 21.

Chinagrass 32.

Chinesenhaare 26.

Chlorzinklauge 44.

Chlorzinkverfahren 8, 43.

Deformieren der Kohlen 116, 152.

Denitrieren der Fäden 35. 82.

Differentialgalvanometer 167.

Diphenylamin 84.

Düsen, Herstellung der 53.

— Verschluss der 65.

— für hohle Fäden 74.

Eisessig 10, 34, 37.

Eiswasser 52.

Eisessigkollodiumverfahren 10, 29.

Elektrisches Glühen 130.

Entfettung der Baumwolle 45.

Entsäuern der Fäden 67, 77.

Essigsäure, Präparieren mit 151.

Fädensammelgefäße 66.

Fallhöhe 52. 64.

Fertigkarbonisieren 122.

Feuchtigkeit der Kollodiumwolle 31.

Filtern der Spritzmasse 40, 46, 47.

Fleckigbrennen der Kohlen 154.

Fluorbor 18.

Formaldehydlösung 50.

Formeln zur Berechnung der
Kohlen 135.

Führung der Fäden beim Auf-
wickeln 94.

Füllmaterialien für den Karbonisiertiegel 112.
Furfurol 8.

Gefäße z. Sammeln der Fäden 66.
— für kontinuierliches Entsäuern 67.

— rotierende 68.

Gelatine 35.

Gelatinespritzmasse 39.

Geschichtliche Entwicklung der Fädenfabrikation 4.

— — des Präparierens der Kohlen 157.

Glühen der Fäden 115.

Glühen, elektrisches 131.

Glühprozeß, Vorgänge beim 115.

Glühöfen 121, 123.

Glühvorschriften 119.

Graphittiegel 110.

Graphitformen 105.

Hanf 2, 7, 21, 23, 24, 25.

Hohle Fäden, Herstellung 74.

Hohle Kohlen, Berechnung 140.

Holzkohlenpulver 112.

Jodlösung, Herstellung der $\frac{1}{10}$ Normal- 37.

Kaliumkarbonat 35.

Kalibrieren der Kapillaren 55.

Kapillaren, Herstellung der 54.

Karbonisieren der Fäden 115.

Karbonisiertiegel 110.

Kasein 50.

Käsesalze, Imprägnieren mit 24.

Koagulierflüssigkeiten 49, 50, 73.

Kohlen, Berechnung der 134.

Kohlenformen 103.

Kohlenwasserstoffe 14, 16, 146, 150, 151, 155, 158.

Kollodiumwolle 9, 10, 30, 37.

Kontrolle des Widerstandes der präparierten Fäden 167.

Konzentrationsbestimmung der Spritzmasse 43.

Kupferoxydammoniakverfahren 7, 45.

Magnesiumjodid 21.

Magnesiumsalze, Imprägnieren mit 22.

Marquartsche Porzellanröhren 129.

Messen der Fäden 98.

Metallchlorurlösungen, Denitrieren mit 82.

Mikrometer 99.

Mineralgummi 21.

Modernes Präparierverfahren 164.

Müllergaze, Filter aus 41.

Nachpräparieren der Kohlen 154.

Nicht-nitrierten Wolle, Bestimmung der 32.

Nigrosin 13.

Nitrozellulose 30.

Nitrometer, Lungesches 32.

Nitroprussidnatrium, Nachweis von Schwefelwasserstoff mit 84.

Ohmmeter 169.

Ölglasgebläseofen 124.

Pergamentieren der Fäden 5, 12.

Petroleumgebläseofen 126.

Porzellanschutzhüllen für Pyrometer 129.

Porzellansiebe 66.

Präparieren der Kohlen 146.

Präparierapparat 164.

Pressen der Fäden 51.

Prefsapparate 58.

Pyrometer 126.

Pyroxylin 30.

Qualitative Prüfung der Kollodiumwolle 30.

— — der Gelatine 35.

— — des Alkalikarbonates 35.

— — der Baumwolle 44.

Quantitative Analyse der Kollodiumwolle 31.

— — des Eisessigs 34.

— — des Schwefelammons 36.

Quecksilberpyrometer 127.

Ramie 33.

Reduzieren der Nitrozellulosefäden 35, 82.

Regenerieren der Kohlen 154.

Rotierende Spritzgefäße 68.

Rückstand der Kollodiumwolle 31.

— des Eisessigs 34.

Rückstand der Gelatine 35.
 — des Alkalikarbonates 36.
 — der Spritzmasse 43.
 — der Fäden 79.
 — der Kohlen 153.
 Runde massive Kohlen, Berechnung 135.
 Runde hohle Kohlen, Berechnung 140.
 Rufsabscheidung beim Präparieren 150.

Sägespäne, geröstete, als Füllmaterial 114.
 Schmelzkegel Segersche 129.
 Schwefelammon, gelbes 36, 82.
 Schwefelabscheidung in den Fäden 84.
 Schwefelkohlenstoff 14.
 Senegalgummi 21.
 Seidengaze, als Filter 40.
 Silicium, Fäden aus 23.
 Siemens-Regenerativofen 122.
 Spritzdruck 51, 58, 61.
 Spritzen der Fäden 51.
 — der hohlen Fäden 74.
 Spritzgefäße, feststehende 66.
 — rotierende 68.
 — zum kontinuierlichen Entsäuern 67.
 Spritzgeschwindigkeit 51, 65, 69.
 Spritzmasse für Eisessigkollodiumverfahren 37.
 — für Chlorzinkverfahren 45.
 — für Kupferoxydammoniakverfahren 46.
 — für Viskoseverfahren 49.
 Stickstoffbestimmung in der Kollodiumwolle 32.
 — in den Fäden 86.
 Stroh, toskanisches, als Fadenmaterial 20.
 Sulfitzellulose 47.
 Sulfozellulose 21.

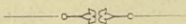
Tabelle zur Berechnung der Kohlen 138.
 — zur Bestimmung der Form der Kohlen 144.
 Talpotasimeter 127.
 Temperaturkontrolle beim Glühen der Fäden 126.
 Tetranitrozellulose 30.
 Torf, gerösteter, als Füllmaterial 114.
 Trocknen der Kollodiumwolle 33.
 — der Fäden 88.
 Trockenhaspeln 89.
 Trockentrommeln 90.

Überlaufheber 67.
 Untersuchung, chemische, der Kollodiumwolle 31.
 — — des Eisessigs 34.
 — — der Gelatine 35.
 — — des Alkalikarbonates 36.
 — — des Schwefelammons 36.
 — — der Spritzmasse 43.
 — — der Fäden 79, 86.
 — — der Kohlen 153.

Verziehen der Kohlen 79, 116, 152.
 Viskose oder Viskoid 49.
 Viskosität der Spritzmasse 43.
 Vorkarbonisieren der Fäden 121.
 Vulkanfiber als Fadenmaterial 2, 22.

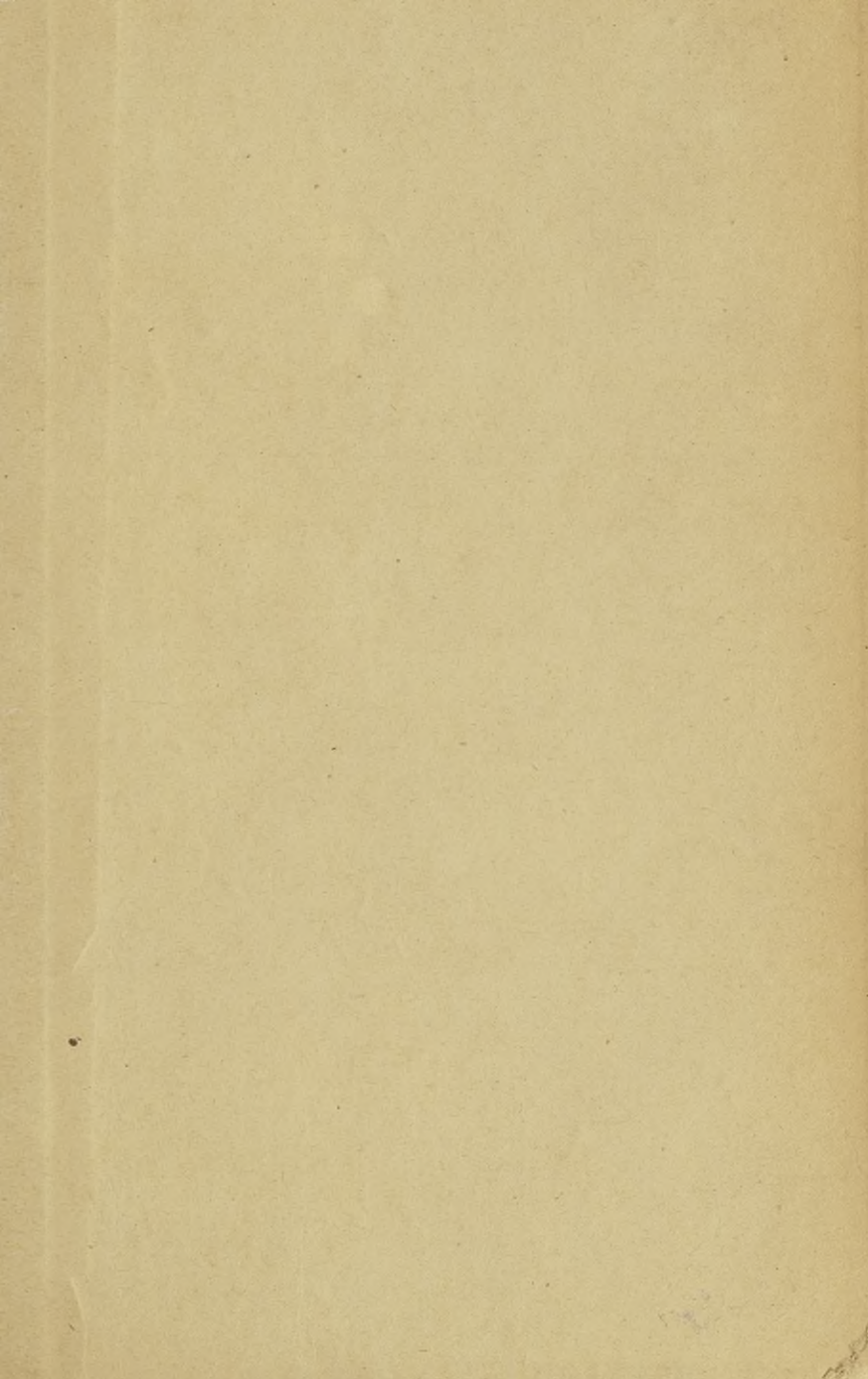
Waschen der Nitrozellulosefäden 77, 84.
 — der Chlorzinkfäden 80.
 — der Kupferoxydammoniakfäden 81.
 — der Viskosefäden 49.
 — der Kohlen 165.
 Waschvorrichtungen 78.
 Wesen des Präparierens der Kohlen 146.
 Wheatstonesche Brücke 167.

Zersetzung der Kollodiumwolle 38.



S 61

S-96



Biblioteka Politechniki Krakowskiej



100000294710