

Mittheilung aus dem Laboratorium für analytische und technische Chemie der Herzogl. technischen Hochschule zu Braunschweig.

## Hydraulische Mörtel aus Schlacken.

Von

Max Müller.

Bekanntlich hat die bei Herstellung von grauem Roheisen im Kokshohofen fallende stark basische Schlacke die Eigenschaft, mit Kalkhydrat hydraulisch zu erhärten. Mehrere ausgedehnte Fabriken befassen sich mit der Herstellung solcher hydraulischer Bindemittel, die unter dem Namen Puzzolan-Cemente in den Handel kommen und mit Recht bereits ausgedehnte Anwendung erfahren. Diese Fabrikate sind innige Gemenge von Schlackennmehl und Kalkhydrat oder an Stelle desselben auch wohl Roman-cement, weil dieser ein fast gleiches spec. Gewicht besitzt, wie das Schlackennpulver und daher hier eine Entmischung nicht so leicht zu befürchten ist als bei Anwendung von Kalkhydrat, wo der Unterschied im spec. Gewichte ein bedeutenderer ist. Diese Puzzolan-Cemente werden zumeist im Verhältniss 3 : 1 gemischt, d. h. 75 Proc. Schlackennmehl und 25 Proc. Kalkhydrat oder Roman-cement.

Die die Schlacken producirenden Eisenhüttenwerke befassen sich nicht selbst mit der Fabrikation des Puzzolan-Cementes, sie geben vielmehr die Schlacken in geeigneter Präparation an die Fabriken ab. Nicht selten aber stellt man auf den Hütten aus den Schlacken Steine her, die als ein vorzügliches Baumaterial gerne gekauft werden. Es ist vorgekommen, dass kleinere Hohofenwerke lange Zeit hindurch mit den Schlackensteinen bessere Geschäfte gemacht haben als mit dem erblasenen Eisen. Zum Zwecke der erwähnten Steinfabrikation wird die Schlacke in Form gröblichen Sandes mit Kalkhydrat gemischt (4 : 1), in Formen gepresst und die Steine im Freien aufgestapelt und so lange feucht gehalten, bis sie die nöthige Härte erlangt haben. Leider verbietet das hohe Gewicht der Steine einen weitem Transport, denn ein Stein von den Dimensionen: 12:25:6,5 cm wiegt etwa 3,8 k, ist also schwerer als ein gewöhnlicher Ziegelstein.

Wie angeführt, eignen sich zur Herstellung des Schlacken- oder Puzzolan-Cementes nur diejenigen Eisenhohofenschlacken, welche bei der Verhüttung eines Eisenerzes auf Graueisen mit Koks erfolgen. Schlacken, welche bei der Gewinnung anderer Eisen-

sorten (Weisseisen, Spiegeleisen u. s. f.) auftreten, sind für diesen Zweck völlig ungeeignet, ja selbst die Schlacken, welche im Holzkohlenhohofen, der auf Graueisen betrieben wird, resultiren, können zu genanntem Zwecke keine Verwendung finden. Sie sind und bleiben vorläufig noch für die Hütten ein werthloser, lästiger Ballast, der zur Halde gefahren werden muss, soweit sie im getemperten oder ungetemperten Zustande als Wegebaumaterial keinen Absatz finden.

Die Fähigkeit der Schlacken des grauen Koksroheisens, mit Kalk hydraulisch zu erhärten, ist aber keineswegs von der chemischen Zusammensetzung allein abhängig. Nur wenn man die flüssige hochtemperirte Schlacke, wie sie aus dem Hohofen durch den Schlackenstich abfließt, plötzlich abkühlt, ist sie zur Puzzolancementfabrikation geeignet. In der grossen Praxis bewerkstelligt man dieses Abkühlen einfach dadurch, dass man die glühende flüssige Schlacke über die Schlackentrift hinweg in dünnem Strahle in Wasser laufen lässt. Durch diese Operation erreicht man zugleich eine ziemlich weitgehende Zerkleinerung und ein morsch Material von geringer Korngrösse, welches sich nach dem Trocknen mit Leichtigkeit auf dem Kollergange oder der Kugelmühle in das feinste Pulver verwandeln lässt.

Schreckt man die glühende Schlacke aber nicht ab, sondern lässt sie langsam erkalten und zerkleinert sie dann, so zeigt das mit Kalkhydrat gemischte Pulver absolut keine hydraulischen Eigenschaften, obgleich die chemische Zusammensetzung der geschreckten und langsam abgekühlten Schlacke keinen Unterschied zeigt.

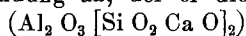
Das Gleiche ist von der langsam abgekühlten und an der Luft zerfallenen Schlacke zu sagen. Die stark basischen Schlacken des grauen Koksroheisens haben nämlich die Eigenschaft, an der Luft allmählich in ein äusserst zartes Pulver zu zerfallen. Dieses „Treiben“ ist aber keineswegs etwa auf eine Hydratisirung des Kalkes oder eine Aufnahme von Kohlensäure zurückzuführen, denn zerfallene und geschreckte Schlacke unterscheiden sich nicht nennenswerth in der chemischen Zusammensetzung, enthalten vor allen Dingen keine Kohlensäure oder chemisch gebundenes Wasser. Nur das specifische Gewicht ist verschieden und zwar ist das der zerfallenen Schlacke geringer als das der geschreckten.

Das verschiedene Verhalten der geschreckten und der zerfallenen Schlacke gegen Kalkhydrat und Wasser, wobei das eine Material kräftig hydraulisch erhärtet, das andere nicht einmal in langer Zeit abbindet, ist also nicht

in einer differenten chemischen Zusammensetzung, sondern in einer völlig verschiedenen chemischen Constitution zu suchen. Offenbar werden bei dem plötzlichen Abschrecken der Schlacke die chemischen Verbindungen, wie sie bei hoher Temperatur in der geschmolzenen Schlacke vorhanden sind, fixirt, während bei langsamem Abkühlen die Atomgruppierung eine andere wird. In der geschreckten Schlacke müssen sich also die Atome im Molekül in einer gewissen Spannung befinden und daher leicht geneigt sein, sich umzulagern oder mit hinzugefügten Körpern neue Verbindungen einzugehen. Bis wir aber dahin kommen, den Unterschied der geschreckten und der zerfallenen Schlacke durch chemische Formeln sicher auszudrücken, dürfte bei der Schwierigkeit, mit welcher derartige Fragen bei anorganischen Körpern, speciell hier bei complicirt zusammengesetzten Silicaten, zu lösen sind, noch eine geraume Zeit vergehen.

Vor mehreren Jahren hat mich diese Frage lebhaft beschäftigt und ich habe versucht, den Unterschied, soweit er chemisch begründet ist, klar zu legen. Die Resultate meiner damaligen Versuche befriedigten mich aber nicht, da sie die gewünschte Aufklärung nicht gaben und habe ich darum s. Zt. die Veröffentlichung noch unterlassen.

In der mir leider verspätet zu Gesicht kommenden Nummer von Dingl. vom 30. October vor. Jahres finde ich nun eine Abhandlung von Herrn Dr. Alb. Busch, betitelt „Mittheilungen aus der Cementtechnik“. B. erwähnt hier eines Versuches, den derselbe s. Zt. hier im Laboratorium ausgeführt hat, nämlich das Verhalten der an der Luft zerfallenen Schlacke gegen Bromwasser. Aus diesem einzigen Versuche — andere in dieser Richtung sind von ihm hier auch nicht ausgeführt worden — glaubt nun genannter Herr schliessen zu dürfen, dass die zerfallene Schlacke grosse Mengen freien, todtgebrannten Kalk enthalte und dass auch die geschreckte Schlacke hiervon nicht unerhebliche Mengen einschliesse. Dieser freie Kalk ist nach ihm der Grund, weshalb Schlackencemente im Seewasser nicht stehen, während guter Portland- und Romacement hiervon nicht angegriffen werden soll. B. muss also der Ansicht sein, dass solche Cemente keinen ungebundenen Kalk enthalten und ferner, dass Bromwasser ein gutes Mittel ist, freien Kalk in Cementen nachzuweisen und zu entfernen. Den Bromwasserrückstand sieht B. als eine einheitliche Verbindung an, der er die Formel



gibt. Sicherlich liegt hier aber kein ein-

heitlicher Körper, sondern ein Gemenge verschiedener Verbindungen vor. Man darf sich daher nicht verleiten lassen, dem Rückstande dem Analysenbefunde nach eine bestimmte Formel zu geben.

Bei dieser Gelegenheit will ich einen Theil meiner früheren Beobachtungen, die vielleicht von allgemeinerem Interesse sind, hier mittheilen.

Will man vergleichende Untersuchungen mit geschreckter und an der Luft zerfallener Schlacke anstellen, so ist es natürlich nöthig, dass das den Versuchen zu Grunde gelegte Material gleicher Abstammung und Zusammensetzung ist. Ein solches Material ist aber aus der Praxis nicht leicht zu beschaffen. Es ist daher besser, eine der Analyse nach bekannte an der Luft zerfallene Schlacke in den Zustand der geschreckten Schlacke überzuführen, oder umgekehrt, vorhandene geschreckte Schlacke theilweise in solche von den Eigenschaften der ungeschreckten zu verwandeln. Das erstere ist nur schwer im Laboratorium zu erreichen, da alle Schmelzgefässe mit Schnelligkeit zerfressen werden. Die zerfallene Schlacke muss unbedingt verflüssigt und in Wasser abgeschreckt werden; eine geringere Erhitzung und plötzliche Abkühlung genügt nicht<sup>1)</sup>.

Leichter ist es, die geschreckte Schlacke so zu modificiren, dass sie die Eigenschaften der an der Luft zerfallenen annimmt, d. h. mit Kalk nicht mehr hydraulisch erhärtet. Zu diesem Zwecke braucht man nur das Pulver in der Muffel längere Zeit — etwa 1 Stunde — auf hohe Rothglut zu erhitzen und dann langsam abkühlen zu lassen. Bei diesem Temperaturgrade tritt noch keinerlei Sinterung ein, aber die kurze Behandlung genügt vollkommen, um jede Neigung, mit Kalk hydraulisch zu erhärten, zu tödten. Durch diesen kurzen Glühprocess wird die procentische chemische Zusammensetzung nur ganz unwesentlich verschoben. Der Schwefel, der in der geschreckten Schlacke in Form von Calciumsulfid enthalten ist und auf Zusatz von Säuren als Schwefelwasserstoff entweicht, wird, da das Glühen ja doch unter Luftzutritt geschieht, oxydirt und in Schwefelsäure verwandelt. Die nachträglich getemperte Schlacke enthält also kein Calciumsulfid, sondern Calciumsulfat (Gyps), ausserdem ist das specifische Gewicht erheb-

<sup>1)</sup> Nach Tetmajer (Dingl. 261, 531) ist es sogar von Bedeutung, ob die Schlacke dünnflüssig oder dickflüssig in Wasser geleitet wird. Je dünnflüssiger die Schlacke, also je höher temperirt dieselbe granulirt wird, um so besser eignet sich der gewonnene Schlackensand zur Herstellung hydraulischer Mörtel.

lich gesunken, da durch den Zerfall der nur bei hoher Temperatur existenzfähigen Verbindungen eine Vergrößerung des Volums stattgefunden hat.

Die Analyse der geschreckten und nachträglich geglühten Schlacke ergab folgendes Resultat:

	Geschreckte Schlacke	Nachträgl. geglühte Schlacke
Si O <sub>2</sub>	25,63	25,41
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (+ Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	18,81	18,64
Ca O	50,82	50,62
Mg O	3,15	3,05
Spec. Gew.	2,710	2,413

Äusserst fein gepulverte Proben beider Schlacken wurden in einem Stöpselglase mit Bromwasser übergossen und unter häufigerem Umschwenken 14 Tage damit in Berührung gelassen. Die Menge des Bromwassers war so bedeutend, dass nur ein geringer Theil des vorhandenen Broms absorbiert werden konnte. Die Flüssigkeit hatte also nach 14 Tagen noch stark Farbe und Geruch bromhaltigen Wassers. Es wurde nun abfiltrirt und in den Filtraten die Kieselsäure, die Thonerde + Eisenoxyd und der Kalk bestimmt. Die Zusammensetzung des Rückstandes ergibt sich aus der Differenz. Die Analysen führten zu folgenden Zahlen:

	Mit Bromwasser 14 Tage behandelte „geschreckte Schlacke“	Mit Bromwasser 14 Tage behandelte „nachträgl. geglühte Schlacke“
	Proc.	Proc.
Bromwasser- lösung (direct best.)		
Si O <sub>2</sub>	0,45	0,93
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (+ Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	0,2	0,19
Ca O	13,5	33,50
Mg O	nicht best.	nicht best.
In Bromwasser unlöslicher Rückstand (a. d. Differenz)		
Si O <sub>2</sub>	25,18	24,48
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (+ Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	18,61	18,45
Ca O	37,32	17,12
Mg O	—	—

Das Bromwasser löst also nur wenig Kieselsäure (über 7 Proc., wie dieses A. Busch angibt, habe ich nie gefunden; die Menge betrug bei Schlacke stets weniger als 1 Proc.), wenig Thonerde, aber viel Kalk, und zwar von der mit keinen hydraulischen Eigenschaften begabten Schlacke fast dreimal so viel als von der geschreckten. Die geschreckte Schlacke gab an das Bromwasser 26,5 Proc. ihres Gesamtkalkgehaltes, die nachträglich geglühte Schlacke aber 66,1 Proc. davon ab.

Setzt man die Behandlung lange Zeit hindurch fort, so ändert sich das Resultat bei der zerfallenen Schlacke nur wenig; die geschreckte Schlacke gibt aber dann erheblich grössere Mengen Kalk an das Bromwasser ab.

Geschreckte Schlacke von Harzburg von der Zusammensetzung:

Si O <sub>2</sub>	25,63
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (+ Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	18,81
Ca O	50,82
Mg O	3,15

wurde unter den oben angegebenen Verhältnissen 6 Monate lang mit überschüssigem Bromwasser behandelt und sodann die in Lösung gegangenen Antheile direct, die Zusammensetzung des Rückstandes aus der Differenz ermittelt. Die Analyse ergab das Folgende:

	Lösung	Rückstand
Si O <sub>2</sub>	0,57	25,06
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (+ Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	0,20	18,61
Ca O	22,40	28,40
Mg O	1,85	1,30

Gegen den nur 14 Tage ausgedehnten Versuch sind 17,6 Proc. Kalk mehr (im Ganzen 44,1 Proc.) in Lösung gegangen.

Desgleichen wurde an der Luft zerfallene Schlacke von Harzburg, die wie folgt zusammengesetzt war:

Si O <sub>2</sub>	25,75
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (+ Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	17,07
Ca O	51,69
Mg O	4,03

6 Monate lang unter überschüssigem Bromwasser aufbewahrt und die in Lösung übergegangenen Bestandtheile gewichtsanalytisch ermittelt. Dies führte zu folgendem Resultate:

	Lösung Proc.	Rückstand Proc.
Si O <sub>2</sub>	0,85	24,90
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (+ Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	0,19	16,98
Ca O	36,44	15,25
Mg O	3,60	0,37

Dieser Versuch ist zwar nicht direct vergleichbar mit den oben angeführten, denn hier liegt an der Luft zerfallene Schlacke, dort aber nachträglich geglühte, geschreckte Schlacke den Proben zu Grunde, aber man sieht doch, dass durch die halbjährige Behandlung mit Bromwasser nur wenig Kalk mehr in Lösung gebracht ist als in 14 Tagen. Von der Gesamtmenge Kalk löste Bromwasser in 14 Tagen 66,1 Proc., in 6 Monaten 70,5 Proc., also nur 4,4 Proc. mehr.

Die Versuche zeigen deutlich, dass der Kalk in der zerfallenen Schlacke weniger fest gebunden ist als in der geschreckten, aber es geht daraus noch keineswegs hervor, dass der auf diese Weise extrahirbare Theil als solcher unverbunden darin vorhanden ist. Busch nimmt dieses allerdings nicht nur für die zerfallenen, sondern auch für die geschreckten Schlacken, die mit Kalk hydraulisch erhärten, an, ohne in dieser Beziehung mit den letzteren die nothwendigen Versuche gemacht zu haben. Dieser Kalk soll todtgebrannt und nicht hydratisirbar sein und deshalb sieht ihn B. nur als un-

nützen Ballast an, der besonders dann einen äusserst schädlichen Einfluss ausüben soll, wenn die Cemente mit Flüssigkeiten in Berührung kommen, welche Magnesiumsalze enthalten. In diesem Falle soll sich durch Umsetzung Gyps und hydratische Magnesia bilden und hierdurch die Cemente zerstört werden. Die Unbrauchbarkeit der Schlacken- oder Puzzolancemente für Meerwasserbauten den hierfür geeigneteren guten Portland- oder Romancementen gegenüber erklärt B. durch diesen von ihm angenommenen Gehalt an freiem Kalk.

Wenn diese Anschauung richtig ist, Brom also wirklich nur den freien Kalk löst, so darf der im Meerwasser weit besser als Schlackencement stehende Portlandcement keinen freien Kalk enthalten und muss sich folgerichtig auch indifferent gegen Brom erweisen. Es ist daher interessant und wichtig, auch den Portlandcement auf sein Verhalten gegen genanntes Reagens zu prüfen.

Diese Versuche wurden mit einem Portlandcement (Stettiner Stern) ausgeführt, der folgende Zusammensetzung hatte:

Si O <sub>2</sub>	25,44
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (+ Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	6,58
Ca O	64,44
Mg O	1,30
S O <sub>3</sub>	1,06
Rest. C O <sub>2</sub> , H <sub>2</sub> O u. dgl.	

Von diesem Cemente wurde eine äusserst feingepulverte kleine Probe (1,2 g) mit einem grossen Überschuss von Bromwasser übergossen und nach 14 tägiger Einwirkung Lösung und Rückstand, beides gewichtsanalytisch, untersucht.

Die Analyse ergab:

	Lösung	Rückstand
Si O <sub>2</sub>	2,92	22,48
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (+ Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	0,18	6,49
Ca O	57,82	6,40
Mg O	nicht best.	nicht best.

Man sieht, durch das Brom ist der weitaus grösste Theil des im Cement vorhandenen Kalks in Lösung übergeführt, — 89,7 Proc. der Gesamtmenge.

Guter Portlandcement enthält also  $\frac{9}{10}$  seines Kalkes so locker gebunden, dass derselbe schon in der Kälte durch Bromwasser leicht gelöst wird. Niemand wird aber behaupten wollen, dass diese bedeutende Menge Kalk im Portlandcement als unverbundener Kalk enthalten ist, es ist vielmehr wahrscheinlich, dass eine sehr kalkhaltige chemische Verbindung vorliegt, welche durch Wasseraufnahme die Erhärtung bedingt und durch die Einwirkung von Brom abgeschlossen wird.

Wäre in der Schlacke wirklich freier Kalk enthalten, so sollte man meinen, der-

selbe müsse ihr durch längeres Digeriren mit Zuckerlösung — der man eine aufschliessende Wirkung doch wohl nicht zutrauen darf — zu entziehen sein. Indessen durch dieses Lösungsmittel kann nur wenig Kalk ausgezogen werden. (Vergl. auch Fr. Knapp, Dingl. 265, 184.) Die diesbezüglichen Versuche ergaben folgendes Resultat:

	Geschreckte Schlacke	Nachträgl. geglühte Schlacke
Nach 3 tägigem Digeriren mit 20 procentig. Zuckerlösung		
gingen in Lösung:	1,30 Proc. Ca O	3,15 Proc. Ca O
Nach 10 tägigem Digeriren mit 20 procentig. Zuckerlösung		
gingen in Lösung:	3,08 - - -	4,07 - - -

also nur ein geringer Bruchtheil der Quantität Kalk, die Brom den betreffenden Schlacken entzieht.

Man nimmt an, dass die zur Herstellung von hydraulischen Mörteln geeigneten Schlackenpulver ohne Kalkzusatz nicht erhärten. Dem ist aber nicht so, nur erfolgt die Wasseraufnahme und die hiermit Schritt haltende Erhärtung bedeutend langsamer als beim Portlandcement, dessen Wasserbedürfniss in verhältnissmässig viel kürzerer Zeit befriedigt ist. Lässt man geeignete Schlackenpulver längere Zeit durchfeuchtet stehen, so findet unter Aufnahme von Wasser langsam Erhärtung statt. Zerfallene oder die sich derselben gleich verhaltende nachträglich geglühte Schlacke bekommt aber auch unter diesen Umständen keinen Zusammenhang.

Geschreckte und ebenfalls nachträglich geglühte Harzburger Schlacke, deren Zusammensetzungen oben angegeben sind, wurden in Reagensgläsern mit Wasser übergossen und die Gläser, mit Gummistopfen gut verschlossen, 5 Wochen ruhig aufbewahrt. Nach Verlauf dieser Zeit war das Pulver der geschreckten Schlacke, besonders am Boden des Cylinders, kräftig erhärtet, das der nachträglich geglühten zeigte aber keinerlei Festigkeit, sondern war mit dem Finger leicht zerdrückbar. In diesen Proben wurde auch das aufgenommene, in chemische Verbindung getretene Wasser bestimmt.

Zu diesem Zwecke wurde ein Theil des Cylinderinhaltes unter dem Recipienten über Schwefelsäure und, um Kohlensäure fern zu halten, auch Natronkalk, bis zur Gewichtsconstanz getrocknet, und sodann durch gelindes Glühen das Wasser ausgetrieben und in einem gewogenen Chlorcalciumrohre aufgefangen. Das Glühen der im Platinschiffchen befindlichen Substanz geschah in einem schwer schmelzbaren Glasrohr, in einem

Strome trockener Luft. Die Bestimmung ergab:

	Geschreckte Schlacke	Nachträgl. gegläute Schlacke
Wasser	7,15 Proc.	3,55 Proc.

Die geschreckte Schlacke hat also unter diesen Umständen doppelt so viel Wasser gebunden als die nachträglich gegläute.

Bei Wiederholung des Versuches wurde in etwas anderer Weise verfahren. Die Schlackenpulver wurden in ein Rohr gefüllt, mit Wasser übergossen und das Rohr zugeschmolzen. Es wurden nun die so beschickten Glasrohre in schräger Lage während 12 Stunden auf 110° erhitzt und dann bei gewöhnlicher Temperatur 3 Monate sich selbst überlassen. Erst jetzt wurden die Proben nach dem Öffnen der Rohre untersucht. Die geschreckte Schlacke war kräftig erhärtet und von grüner Farbe, die nachträglich gegläute Schlacke aber wieder leicht mit den Fingern zerdrückbar. Die in gleicher Weise ausgeführte Wasserbestimmung ergab in diesem Falle folgende Zahlen:

	Geschreckte Schlacke	Nachträgl. gegläute Schlacke
Wasser	10,71 Proc.	5,41 Proc.

Die Versuche zeigen, dass sowohl die geschreckte als auch die zerfallene Schlacke Wasser aufnehmen, dass aber erstere unter gleichen Umständen eine grössere Menge davon bindet und zugleich nicht unbedeutend erhärtet. Ferner ist ersichtlich, dass diese Wasseraufnahme nur sehr langsam vor sich geht. Sie ist unter den günstigsten Umständen in mehreren Monaten noch nicht zum Abschlusse gekommen und dürfte in der Praxis nach Verlauf einer bedeutend längeren Zeit noch nicht beendet sein, da hier die Cemente ja doch nicht immer feucht gehalten werden. Diese langsame Wasseraufnahme, die noch vor sich geht, wenn die Cemente bereits erhärtet sind, kann natürlich die Volumbeständigkeit nachtheilig beeinflussen.

Die angeführten Versuche über das Verhalten der basischen Hohofenschlacken und des Portlandcements haben leider die Frage nach der chemischen Constitution dieser hydraulischen Bindemittel ihrer Lösung nicht nennenswerth näher gebracht.

## Über die festen Fettsäuren des Palmöls.

Von

H. Noerdlinger.

Vor Jahren benöthigte ich für eine experimentelle Arbeit eine grössere Menge reiner Palmitinsäure und liess mich durch eine Notiz in Schaedler's Technologie der Fette & Öle d. Pflanzenreichs verleiten, Palmkernöl als Ausgangsmaterial zu versuchen. Hierauf griff ich zum Palmöl, welches nach den Untersuchungen von Pelouze und Bondet, sowie von Fremy und Stenhouse aus Palmitinsäure, Ölsäure und deren Glyceriden bestehen sollte. Auch Schaedler (a. a. O. S. 615) und Beilstein bestätigen diese Zusammensetzung. Benedikt und Hazura (d. Z. 1889, 433) wiesen neuerdings Linolsäure im flüssigen Antheil des Palmöls nach, und Benedikt führt in der eben erschienenen 2. Auflage der „Analyse der Fette und Wachsarten“ freie Palmitinsäure, Palmitin und Olein als Hauptbestandtheile des Palmöls auf. Nach diesen Angaben war zu erwarten, dass sich die Palmitinsäure ohne Mühe durch mehrmaliges Umkrystallisiren der Fettsäuren des Palmöls rein erhalten lasse. Dies gelang indessen nicht und führte zu folgender Untersuchung.

Zur Verfügung stand reines Lagos-Palmöl. Dasselbe besass ziegelrothe Farbe und den charakteristischen veichenartigen Geruch, schmolz bei 38° und ergab bei der Titration einen Säuregehalt von 50,8 Proc. (als Ölsäure berechnet).

Aus dem Fette wurde durch Verseifen, wiederholtes Aussalzen und Zersetzen der Seife mit verdünnter Schwefelsäure die Fettsäure abgeschieden und durch mehrmaliges Umschmelzen auf Wasser gewaschen.

Der erstarrte röthlich gelb gefärbte Fettsäurekuchen wurde in Alkohol gelöst und mit einer alkoholischen Magnesiumacetatlösung fractionirt gefällt, eine zweite Portion durch fractionirte Destillation im Vacuum zerlegt.

Das äusserst langwierige Fällungsverfahren erforderte gegen 100 Fällungen. Jede einzelne Fällung wurde, nachdem der Alkohol völlig verjagt war, mit verdünnter Säure so lange gekocht, bis die abgeschiedene Fettsäure vollständig klar erschien und sodann letztere durch mehrmaliges Umschmelzen über Wasser von der Mineralsäure befreit.

Die einzelnen Stadien und Fractionen des Fällungsverfahrens zu beschreiben, würde zu weit führen; es sei nur erwähnt, dass