

Tiegeln flüchtig sei. Ich verwandte zu diesen Arbeiten einen mit Magnesit ausgefütterten Deville'schen Ofen von 12 cm Durchmesser und 33 cm Höhe, welcher von unten mit Luftdüsen versehen war. Der Ofen wurde mit sog. Retortengraphitstücken geheizt und während einer Zeit von 2 Stunden bei Anwendung von 4 k ein Hitzegrad erreicht, welcher wohl dem höchsten bisher im Ofen erreichten gleichgestellt werden kann; denn das Platin schmolz daselbst nicht nur schnell, sondern es kochte und verdampfte wie in der Birne der überhitzten Glühlampe.

Zur Aufnahme der Schmelzprobe diente ein kleiner Kohlentiegel mit Deckel, welcher in einem grösseren Magnesiatiegel stand. Der Zwischenraum zwischen beiden war mit feingepulverter Magnesia ausgefüllt. Der Gebläsewind wurde von unten dem Ofen zugeführt und damit hatte das Verbrennungsgas ein viel geringeres Bestreben, strömend auf das im Tiegel ruhende Quarzstück zu wirken, als wenn, wie im Deville'schen Platinschmelzofen, die Hitzflamme oben einströmt. Ein Bruchstück von klarem Bergkrystall wurde nach erfolgter, genauer Wägung in den Tiegel gelegt, und nachdem bei kräftigem Luftstrom 4 k Retortengraphit verbrannt waren, wieder gewogen. Das Quarzstück zeigte unter Beibehaltung der Klarheit eine vorgegangene Schmelzung und dabei eine augenfällige Verkleinerung der Masse. Es wog das Quarzstück vor dem Erhitzen 2,652 g, nachher 1,550 g, somit Verlust 1,102 g, mithin 41,5 Proc.

Bei Wiederholung dieser Operation mit einem anderen Stück Bergkrystall war das Gewicht:

Vor dem Glühen 4,517 g, nachher 2,735 g, somit Verlust 1,782 g, mithin 39,4 Proc.

Dieses so behandelte Quarzstück wurde einer weiteren Glühung von gleichhoher Intensität unterworfen und wog nach derselben dann nur noch 2,051 g. Nach schnellem Abkühlen zeigte es ein opakes, porellanartiges Aussehen.

Als nun dieses Stück zum dritten Male der gleichen hohen Temperatur ausgesetzt wurde, ging das Gewicht auf 1,080 g herab, und bei langsamer Erkaltung erschien das Versuchsstück nicht mehr porellanartig, sondern wasserklar.

Wurde nun dieses Quarzstück abermals und zwar bei Verbrennung von 4 k Graphit jenem hohen Hitzegrade ausgesetzt, so war es vollständig verschwunden.

Wurde ein ähnlicher Bergkrystall unter gleichen Umständen nur einer niedrigeren Temperatur (gleich dem Seger'schen Normalkegel No. 26), erreicht durch Verbrennung

von 800 g Retortengraphit (gegenüber den 4000 g) unterworfen, so blieb sein Gewicht unverändert, obschon die Temperatur der Gusseisenschmelze erheblich überschritten war. Es zeigte dieser Versuch, dass die Schmelzhitze des Eisens bei Ausschliessung der Wasserdämpfe nicht ausreicht, um die Verflüchtigung der Kieselsäure zu verursachen, während die Substanz bei Mitwirkung von Wasserdampf nach den Versuchen von Jeffy bei dieser Temperatur schon flüchtig wurde.

Somit ist die Kieselsäure selbst in geschlossenen, nur geringen Luftwechsel zulassenden Tiegeln bei sehr hoher Hitze flüchtig.

Ich bemerkte bei der Darlegung obiger Versuche den Umstand, dass das erhitze Product bei schneller sich vollziehender Erkaltung opak porellanartig geworden ist, nach langsammer Erkaltung aber wasserklar geblieben war. Nähere Mittheilungen hierüber behalte ich mir vor, sowie auch über das Austreten von Kieselsäure aus Silicatverbindungen.

### Versuche mit dem Centrifugalemulsor.

Von

Martin Ekenberg.

Mittels des Centrifugalemulsors können ungleichartige Flüssigkeiten, z. B. Öl und Wasser, in möglichst innigste Mischung mit einander gebracht werden; er ersetzt deshalb vortheilhaft die gewöhnlichen Rührwerke, welche man in der Fett- und Ölindustrie, in der Seifenfabrikation, in bestimmten Zweigen der Stearinindustrie u. s. w. verwendet.

Der Apparat besteht aus zwei mit ihren hohlen Seiten gegeneinander gekehrten Tellern, welche an einer gemeinsamen lothrechten Welle sitzen; die Teller erhalten 6000 bis 7000 Umdrehungen in der Minute. Die Entfernung zwischen den Rändern der beiden Teller kann nach Bedürfniss regulirt werden von 0,05 bis 2 mm. Bei einer Öffnung von 0,05 bis 0,1 mm entsteht eine äusserst feine Emulsion, z. B. von Baumöl und Wasser, in welcher die Ölkügelchen viel kleiner sind als die Fettkugeln in der

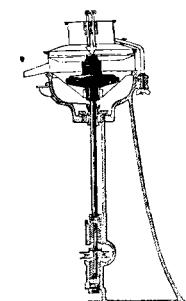


Fig. 231.

Milch. Aus einer derartigen Emulsion sondert sich das Fett in 20 bis 25 Minuten ab; wird alkalisches Wasser benutzt, so hält sich die Emulsion wesentlich länger. Je grösser die Entfernung zwischen den Tellerrändern eingestellt wird, um so weniger fein wird die Emulsion, und um so schneller scheiden sich deren Bestandtheile; bei 1 mm Öffnung schon in 2 bis 3 Minuten. Da das Emulsionsquantum der Weite des Zwischenraumes zwischen den Tellerrändern entspricht, so wechselt dasselbe auch zwischen 5 und 20 hl in der Stunde. Ehe die Flüssigkeiten in den Apparat gelangen, müssen natürlich alle mechanisch damit gemischten groben und harten Theilchen, welche den Zwischenraum zwischen den Tellerrändern nicht passiren können, durch Filtriren daraus entfernt werden.

Es lassen sich Emulsionen bis zu 40 Proc. Fettgehalt, bei gewissen Ölen sogar bis zu 50 Proc. herstellen; dann aber tritt zwischen 50 und 70 Proc. eine Pause ein, in welcher Emulsionen sich nicht bilden, wogegen über 70 Proc. Öl sowie noch höhere Ölprozent-sätze sich wieder mit Wasser emulgiren. Zwischen 50 und 70 Proc. sind die Flüssigkeiten nämlich so zähflüssig, dass sich Emulsionen nicht erzielen lassen.

Die hochgradigen Ölemulsionen, oder besser gesagt die Emulsionen von Wasser in Öl sind da von Bedeutung, wo es sich darum handelt, Salze oder andere Reagentien in geringen Mengen wirken zu lassen, wodurch der Materialverbrauch möglichst eingeschränkt wird.

Für den Emulsor wendet man entweder einen gewöhnlichen Schnurantrieb oder den Antrieb in einem Dampfturbinengestell an; das letztere ist das Bequemere, da der Emulsor in diesem Falle durch den beim Emulsor stehenden Arbeiter durch Öffnen des Dampfzulassventiles in Gang gesetzt wird.

Die Emulsorteller werden entsprechend der Bestimmung des Apparates entweder aus starkverzinntem oder mit einer Antimonbleileigirung übergezogenem Stahl oder aus säurefester Bronze hergestellt; sind sie durch langen Gebrauch abgenutzt, so lassen sie sich leicht durch neue ersetzen; von Säure angefressene können abgeschliffen und mit einem neuen schützenden Überzug versehen werden.

Bei folgenden Versuchen, die angestellt wurden, um die Verwendbarkeit zu den beabsichtigten Zwecken zu zeigen, kamen Substanzmengen von 50 bis 300 k zur Verarbeitung.

A. Auswaschen von freien Mineralsäuren aus Fetten und Ölen. Gewöhnliches, zum Schmieren von Maschinen dienendes Öl wurde mit 5 Proc. Schwefelsäure von 1,50 sp. G. versetzt und dieses saure Öl dann in Wasser emulgirt, so dass man eine 20 proc. Emulsion erhielt. Die Öffnung des Emulsors betrug etwa 0,1 mm. Nach 10 bis 15 Minuten trennte sich die Emulsion. Am Schluss einer abermaligen Emulgirung mit frischem Wasser war das Öl frei von allen in Wasser löslichen Säuren, was mittels Lackmuspapier nach wiederholtem Schütteln des Öles mit gleichen Theilen warmen Wassers festgestellt wurde. Durch Luftblasen und kleine Wassertropfen war das Öl trübe, doch klärte es sich vollständig nach etwa 24 stündigem Stehen. Beim Filtriren durch frischgebrannten Gyps wurde das Öl sofort frei von Wasser und Luft. Das Öl kann bequem abgeschieden werden mittels einer Vorlage, die nach dem Princip der Florentiner Flasche construit ist und soviel Emulsion aufzunehmen im Stande ist, als sich während der nötigen Abscheidungszeit von Neuem bildet. Das Waschwasser enthielt in beiden Fällen eine geringe Anzahl kleiner Öltröpfchen, welche leicht auf folgende Weise zurückzuerhalten waren:

1. Durch Filtriren durch Baumwolle; beim Kochen der Baumwolle mit Wasser stieg das Öl nach oben und konnte vollständig gewonnen werden.

2. Durch Zusammenemulgiren mit mehr Olivenöl und mit weitem Zwischenraum zwischen den Emulsortellern, wobei die sich bildenden grösseren Öltropfen beim Aufsteigen nach der Oberfläche die kleineren mitnehmen<sup>1)</sup>.

3. Durch Centrifugiren im continuirlichen Ölseparator mit gleicher Umdrehungsgeschwindigkeit wie der Emulsor.

Es machte also durchaus keine Schwierigkeiten, alles Öl aus der Emulsion wiederzugewinnen, und damit fällt der einzige geäuserte Zweifel an der Verwendbarkeit des Emulsors zum Waschen von Ölen und Fetten.

Bei einem erneuerten Versuch mit Olivenöl, wobei 5 Proc. Schwefelsäure von 1,84 sp. G. zugesetzt wurden, konnte man durch zwei Waschungen — die eine mit kaltem, die andere mit warmem Wasser — ebenfalls alle freie Schwefelsäure auswaschen. In diesem Falle war jedoch das Öl von der Säure stark angegriffen.

Aus Talg. Geschmolzener Rohtalg wurde mit etwa 3 Proc. Salpetersäure emulgirt. Nach zweimaligem Waschen mit Wasser erhielt man ein rein riechendes, helles, säurefreies Product. Beim Abscheiden des Talges blieben Zellenreste und Ähnliches in einem scharf begrenzten Lager unter dem reinen Talg. Diese Art, durch Emulgiren in Wasser die durch die Wirkung der Säure abgelösten Membranen zu beseitigen, scheint für das Raffiniren des Talges äusserst vortheilhaft zu sein.

<sup>1)</sup> Dieses Verfahren, kleine Mengen feiner Öltröpfchen aus dem Waschwasser abzuscheiden, ist äusserst wirksam; selbst aus alkalischem Waschwasser konnte beim Zusammenemulgiren von Mineralöl bei grossem Tellerabstand alles Öl abgeschieden werden.

**Aus Mineralöl.** Mit einem als Schmiermittel dienenden Mineralöl von bräunlicher Farbe wurden 5 Proc. conc. Schwefelsäure zusammenemulgirt, dann wusch man das Öl zweimal im Emulsor mit Wasser; das erste Waschwasser hatte viel Farbstoff aufgenommen. Nach einer neuерlichen Wäsche mit conc. Natronlauge erhielt man ein Öl, welches nur schwach gelb gefärbt und frei von Säure war.

Bei einem anderen Versuche wurde Rohvaselin aus Galizien geschmolzen und mittels des Emulsors etwa 5 Proc. conc. Schwefelsäure und etwas chromsaures Kali damit gemischt. Nach dem Auswaschen durch Emulgiren in warmem Wasser und dem Filtriren durch eine 10 cm hohe Knochenkohlenlage war das Vaselin fast vollständig entfärbt. Es scheint das Filtriren durch Knochenkohle hier von untergeordneter Bedeutung zu sein und diente lediglich zum Entfernen von abgeschiedenen Kohlentheilen und neugebildeten braunen Substanzen.

**B. Auswaschen freier Fettsäuren.** Aus Olivenöl. Das Öl wurde in Wasser emulgirt, welches mit 0,5 Proc. Ätnatron versetzt war. Das aus der so entstandenen Emulsion abgeschiedene Öl wurde dann in reinem Wasser und schliesslich in Wasser, welches etwas Schwefelsäure enthielt, emulgirt. Nach dieser Behandlung war das Öl rein von Fettsäuren. Aus dem ersten Waschwasser, welches Seife enthielt, trennte sich nach dem Ansäuern ein hauptsächlich aus Fettsäuren bestehendes flüssiges Fett, welches etwa 1,5 Proc. des Öles ausmachte.

Aus Hanföl. Das Öl wurde genau wie das Olivenöl behandelt und ebenfalls frei von Fettsäuren abgeschieden.

**C. Seifenerzeugung mittels des Emulsors:** a) Cocosöl wurde in starker Natronlauge emulgirt. Die so erhaltene Emulsion, welche schon einen grossen Theil von Fett in verseiftem Zustande enthielt, gab beim Kochen sofort eine homogene Seife.

b) Cocosöl wurde bis auf 110° erwärmt und mit kochender Natronlauge emulgirt. Dabei entstand eine durch Gasblasen opalisirende Flüssigkeit, welche nach dem Erkalten erstarre; beim Untersuchen zeigte sich die Masse frei von unverseiftem Fett. Es war also auf diese Weise eine vollständige und fast augenblickliche Verseifung eingetreten.

Die Resultate weiterer Versuche unter Anwendung des Emulsors zur Verseifung von Fett mit Schwefelsäure und zum Waschen von Theer u. s. w. sollen späterhin mitgetheilt werden.

Stockholm, Juli 1892.

## Zur Anwendung der Centrifuge im Laboratorium.

Von

**Dr. Gerhard Lange** (Hannover).

Seit Anfang dieses Jahres bin ich im Besitz der Victoriacentrifuge der Firma Waston Laidlaw & Co., Glasgow, welch' letztere der Osnabrücker Firma Dierks & Möllmann den Alleinverkauf für Deutschland übertragen hat, und möchte nun im Folgenden zunächst die von W. Thörner mit diesem Apparat gemachten Erfahrungen bestätigen, sodann eigene Methoden mittheilen und schliesslich den Fachgenossen empfehlen, sich von der Vorzüglichkeit des Apparates zu überzeugen. Die genannte Osnabrücker Firma wird bereit sein, den Apparat zunächst probeweise zu liefern, damit sich der Betreffende selbst ein Urtheil bilden kann. Ich schicke voraus, dass der Centrifugirapparat ungemein handlich und leicht zu drehen ist, so dass mit Leichtigkeit die Tourenzahl in der Minute auf 6000 bis 7000 zu bringen ist. Ausserdem kann die Aufstellung in einer Ecke des Laboratoriums erfolgen. Auf den Kegel der Centrifuge lassen sich sogenannte „Teller“ verschiedener Grösse und Form aufsetzen. In diesen Teller hängt man die zur Aufnahme der Centrifugirröhren bestimmt Hülsen, die aus Messing, aus einem Stück gedreht, ohne Löthung angefertigt und mittels starker Halteklemmen in dem Rahmen des Tellers festgehalten werden. Das Ganze umgibt ein starker, mit einem Deckel verschliessbarer Mantel, sichert so gegen ein Herausschleudern des Tellers und der Röhrchen. Seitdem die Firma Dierks & Möllmann die früher beliebten Eisenblechhülsen mit angelöthetem Boden durch Messinghülsen mit starken Klemmen ersetzt hat, ist es mir bei fast täglichem Gebrauch des Apparates nie wieder, wie zuerst 2 Mal, vorgekommen, dass Röhrchen und Hülsen herausgeschleudert und zerstört wurden. Ich kann daher behaupten, dass die jetzige Einrichtung des Apparates allen Ansprüchen genügen dürfte.

**Anwendung des Apparates bei der Untersuchung von Milch.** Seit langer Zeit hat man sich bemüht, eine Methode zur Fettbestimmung in der Milch zu finden, welche den Vorzug grosser Genauigkeit mit dem grosser Schnelligkeit und Einfachheit der Ausführung vereinigt. Es dürfte überflüssig sein, die grosse Zahl der vorgeschlagenen, mehr oder weniger einfachen Methoden hier zu wiederholen; es mag nur