

**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 erstarrte; 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 bestimmten 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 Klammern 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

auf zwei neue amerikanische hingewiesen werden, die von Short und die von Cochran<sup>1)</sup>), da auf einer Combination dieser Methoden mit der Anwendung der Centrifuge die von W. Thörner ausgearbeitete Fettbestimmung in der Milch mittels des „Milchfettseparators“ beruhen dürfte.

Short versieft 20 cc Milch in einem Kölbtchen mit engem, calibrirtem Halse im Wasserbade, setzt nach etwa 2 Stunden die entsprechende Menge eines Säuregemisches hinzu (gleiche Theile Essigsäure und Schwefelsäure), erhitzt wieder im Wasserbade, füllt mit heissem Wasser auf und lässt dann noch  $\frac{1}{2}$  Stunde im siedenden Wasserbade stehen. Die Fettsäuren haben sich dann abgeschieden, ihr Volumen wird abgelesen. Cochran will das Casein durch ein Säuregemisch und das Fett dann mit Hilfe von heissem Wasser und Äther lösen, ebenfalls in einer engen calibrirten Röhre das Fett abscheiden und ablesen. W. Thörner hat nun die Short'sche Methode etwas abgeändert und die Centrifuge benutzt, das Fett vollständig und schnell abzuscheiden. Er bringt in die von ihm benutzten Röhrchen, die nach oben hin in eine calibrirte, mit trichterförmigem Aufsatz versehene, enge Röhre auslaufen, 10 cc Milch, mit genauer Pipette abgemessen, setzt 1 bis 1,5 cc einer alkoholischen Kalilauge zu und versieft im siedenden Wasserbade. Nach einigen Minuten wird Eisessig-Essigsäure zugesetzt, das Casein so in Lösung gebracht, dann bis zur Marke aufgefüllt, nun wieder im Wasserbade erhitzt und centrifugirt.

Hier möchte ich bemerken, dass es im Interesse einer wirklich genauen Bestimmung nach meinen Erfahrungen geboten ist, die Röhrchen nach dem Ansäuern zuerst längere Zeit, etwa  $\frac{1}{2}$  bis  $\frac{3}{4}$  Stunde, bis sich an der Oberfläche eine klare Fettschicht abgeschieden hat, zu erhitzen und dann erst bis zum Nullpunkt der Calibrirung aufzufüllen. So erhält man nach kurzem Schleudern eine klare, scharf abgegrenzte Fettschicht, deren Volumen mittels einer Ablesevorrichtung festzustellen ist.

Da ich in meinem Laboratorium für Molkereien, Gutsbesitzer, Milchlieferanten hiesiger Gegend fast täglich Milchcontrolanalysen auszuführen habe, habe ich so hinreichende Gelegenheit gehabt, die Genauigkeit der Resultate, erhalten mit dem „Milchfettseparatör“, mit gewichtsanalytischen Daten verglichen, festzustellen. Im Folgenden lasse ich einige Zahlen folgen, die für den Separator sprechen.

<sup>1)</sup> Annual report of the Pennsylvania State College for the year 1890.

	Milchfett-separator	Gewichts-analytische Methode
Kindermilch	3,35 Proc.	3,38 Proc.
Vollmilch	2,95 -	2,99 -
Vollmilch	2,90 -	2,90 -
Magermilch (halbabgerahmte)	1,85 -	1,90 -
Kindermilch	3,65 -	3,66 -
Kindermilch	3,80 -	3,82 -

Die grösste Differenz beträgt  $\frac{1}{20}$  Proc.

Auf Grund meiner Vergleichsanalysen darf ich die Thörner'sche Methode zur Milchfettbestimmung durchaus empfehlen, besonders wenn es sich um regelmässige und schnell auszuführende Untersuchungen von zahlreichen Proben handelt. Ich unterlasse nicht zu bemerken, dass mit dem Apparat auf einmal 8 Proben centrifugirt werden können. Hat man nun auch 20 und mehr Proben auf den Fettgehalt zu untersuchen, so wechselt man einfach nach einmaligem Centrifugiren die Röhrchen aus. Zweckmässige Einsätze für gleichzeitige Erhitzung einer grösseren Anzahl von Röhren im Wasserbade kann sich Jeder selbst leicht construieren; die von der Verkaufsfirma beigegebenen diesbezüglichen Apparate passen nicht für chemische Laboratorien.

Anwendung der Centrifuge zur Untersuchung von Getreidemehlsorten. W. Thörner wendet die Centrifuge auch zur Prüfung verschiedener Mehlsorten auf Reinheit an; ich habe nach seinen Angaben die diesbezüglichen Versuche wiederholt, muss aber gestehen, dass ich es, abgesehen von den Mehlbeimengungen, doch vorziehe, etwa beigemengte Mineralsubstanzen mit der Chloroformmethode oder quantitativ aus der Aschenbestimmung festzustellen. Nur hinsichtlich der mikroskopischen Prüfung kann die Centrifuge zur Abscheidung bez. zum Sammeln von Formelementen mit Vortheil verwandt und ihre Anwendung zu diesem Zwecke empfohlen werden. Das Mehl wird nach dem Verkleistern entweder mit Eisessig angesäuert oder mit Kalilauge (1 : 2) versetzt und etwa  $\frac{1}{4}$  St. im siedenden Wasserbade erhitzt, sodann die flüssige Masse in starke Röhren mit flachem Boden gegeben und nun mehrere Minuten centrifugirt. Die Hülsenfragmente u. dgl. finden sich am Boden der Röhren zusammengeballt; die Flüssigkeit wird schnell abgegossen und der Bodensatz mikroskopirt.

Anwendung der Centrifuge bei der Untersuchung von Wasser, Wein, Bier u. s. w. Bei der Prüfung und Untersuchung von Trübungen, Abscheidungen u. dgl. leistet die Centrifuge vortreffliche Dienste. Wer da weiß, wie lange es oft währt, bis sich dieselben beim Stehenlassen in Spitzgläsern, Kelchen u. s. w. so abgeschieden, dass eine

mikroskopische Untersuchung Erfolge bietet, wird es mit Freuden begrüssen, dass durch Benutzung der Centrifuge in allerkürzester Zeit die Trübungen u. s. w. als ziemlich dichte Bodensätze erhalten und so der sofortigen mikroskopischen und weiteren Untersuchung zugängig werden. Ich habe in letzter Zeit bei heftrübem Bier, bei trübem Wein, bei Wasser mit sogenannten suspendirten Substanzen, bei der mikroskopischen Prüfung von Wasser, mich mit vielem Vortheil der Centrifuge bedient, indem ich die Bodensätze stets in solcher Menge erhielt, dass Zweifel bei Befunden nicht aufkommen konnten, da mehrere mikroskopische Präparate meist dieselben Formenbilder boten.

Wie unangenehm ist es, wenn nach dem Ausschütteln von Bier oder Wein mit Äther, Chloroform, Amylalkohol und sonstigen Extractionsmitteln sich die Flüssigkeiten so schwer abscheiden. Auch in solchen Fällen bewirkt eine kurze Behandlung in der Centrifuge ein schnelles und scharfes Absetzen; es ist dabei nur erforderlich, die betreffende Flüssigkeit, der man einen darin vermuteten Körper entziehen will, vor dem Ausschütteln auf etwa 50 cc einzudampfen, da den Hülsen einstweilen nur Röhren mit etwa 120 bis 150 cc anvertraut werden können. Indessen ist die Firma Dierks & Möllmann damit beschäftigt, Hülsen, für grössere Gefäße passend, herstellen zu lassen, sodass man später bei Arbeiten mit dem Scheidetrichter in etwas abgeänderter Form mit demselben wird arbeiten können. — Auch bei Arbeiten aus dem Gebiete der physiologischen Chemie, der Bakteriologie, welche ich als früherer mehrjähriger Assistent von Hoppe-Seyler mit einer gewissen Vorliebe übernehme, habe ich die Centrifuge mit Erfolg benutzen können, so besonders bei Sputumuntersuchungen. Darüber berichte ich nächstdem vielleicht mehr.

Hannover, im Juli 1892.

### Zur Beurtheilung der Feuerungen.

Von

Ferd. Fischer.

Fortsetzung von S. 395 d. Z.

2. Brennwerthbestimmung. Endlich kann ich zur Beantwortung der d. Z. 1891, 114 erwähnten Frage kommen<sup>1)</sup>.

<sup>1)</sup> Nachdem längere Kränklichkeit völlig überstanden ist, dann Umzug, Jahresbericht, 2. Aufl.

Wie bereits bemerkt, war die Münchener Heizversuchsstation zu Brennwerthbestimmungen nicht geeignet. Von der s. Z. veröffentlichten ersten Abtheilung der Versuche mit nicht umhülltem Kessel und Dampfleitungen sei ganz abgesehen; aber auch die zweite Versuchsreihe zeigt grosse Unsicherheiten; so ergab Kohle von Hausham:

	Von der Versuchsanlage aufgenommen	Wärme-verlust	Zusammen Brennwerth
1.	3874	1802	5676
2.	3680	2110	5790
3.	3600	2276	5876
4.	3305	2426	5731
5.	3327	2272	5599
6.	3617	1645	5262
7.	2163	3536	5699

Heizwerth nach Dulong = 5372.

Die einzelnen Bestimmungen weichen also um 614 W. E. oder um 11 Proc. von einander ab. Der 3. Versuch gibt fast 10 Proc. mehr als nach Dulong. Böhmischa Kohle von Tremosna ergab in den einzelnen Versuchen von 5076 bis 6417 W. E., somit Schwankungen bis 1341 W. E. oder rund 25 Proc. Aus solchen Versuchen das Mittel zu ziehen und als Brennwerthbestimmung zu bezeichnen, ist unzulässig<sup>2)</sup>; das fortwährende Wiederaufwärmen derselben hat keinen Zweck (vgl. d. Z. 1889, 70).

Herr Bunte hebt in seinen Massenveröffentlichungen<sup>3)</sup> immer den „einzigen Versuch Fischer's“ hervor<sup>4)</sup>. Hätte er in meinem Jahresbericht nur einige Seiten weiter geblättert (I. 1885, 1298), so würde er doch noch einige calorimetrische Brennwerthbestimmungen von Kohlen gefunden haben, mit denen gleichzeitig sehr sorgfältige Verdampfungsversuche ausgeführt wurden:

d. Taschenbuches f. Feuerungstechniker und 14. Aufl.  
d. Handbuches d. chem. Technologie die von der „Zeitschrift“ freigelassene Zeit völlig in Anspruch nahmen.

<sup>2)</sup> Prof. A. Wagner (München) gibt folgendes Urtheil über die Münchener Heizversuchsstation (Deutsch. Indzg. 1880, 154):

„Hieraus ergibt sich: die Fehlerquellen der Versuchsanlage können weit mehr Einfluss auf das gefundene Resultat ausüben, als der Unterschied zwischen den verschiedenen Kohlensorten ausmacht, so dass der Practiker, der seine Kohlen bei der Heizversuchsstation untersuchen lässt — (dieselbe verlangt dazu noch 220 M. für eine Sorte!) — nur die möglichen Versuchsfehler der Heizanlage kauft, wodurch er auch noch zu Schaden bringenden Irrthümern verleitet werden kann.“

<sup>3)</sup> Den Bericht über die Mahler'schen Versuche hat er als „Original“ an 6 bis 8 Zeitschriften geschickt; dieses sonst nicht übliche Verfahren veranlasst mich zu obiger Richtigstellung.

<sup>4)</sup> Bunte hat übrigens noch nicht eine einzige selbst ausgeführte calorimetrische Brennwerthbestimmung veröffentlicht, also auch wohl noch keine gemacht.