

langt, so bemerke ich, dass ich auch hier<sup>4)</sup> die Titrirungen, mit 10 cc der alkalischen Kupferlösung, nach derjenigen Form der Methode Soxhlet's ausgeführt habe, bei welcher die Fehling'sche Lösung mit 4 Vol. Wasser verdünnt wird, bevor man die Zuckerklösung zufügt. Es wurde gefunden, dass 10 cc der Fehling'schen Lösung bei 2 Minuten währendem Sieden genau die berechneten 10,30 cc der 0,5 proc. Invertzuckerlösung zur völligen Reduction verlangten, woraus sich die Brauchbarkeit meiner Vorschrift zur Darstellung der 0,5 proc. Invertzuckerlösung für die Controlirung der Fehling'schen Flüssigkeit ergibt.

Ich bemerke noch, dass ich zur Herstellung der Fehling'schen Lösung bez. zur Darstellung der Soxhlet'schen Kupfervitriolösung, welche letztere 34,64 g CuSO<sub>4</sub>. 5 H<sub>2</sub>O in 500 cc enthalten soll, vom Kupfersulfate Trommsdorff's ausging, welches ich zweimal umkristallisierte und sorgfältig abpresste. Das Product war nun frei von Eisen und verlor bei 120 bis 140° 28,96 Proc. Wasser statt der verlangten 28,92 Proc. Zur Darstellung der alkalischen Seignettesalzlösung hatte eine filtrirte Auflösung des Salzes von Trommsdorff gedient, ferner Ätznatron „Alcoh. depur.“ von derselben Firma.

Nach vorstehenden Ausführungen glaube ich, den Fachgenossen die Annahme meiner Vorschrift zur Titerstellung der Fehling'schen Lösung empfehlen zu dürfen.

Portici, Gabinetto di Tecnologia chimico-agraria della R. Scuola Superiore di Agricoltura.

### Beiträge zur Ceresinfabrikation.

Von

**Edgar von Boyen.**

[Schluss von S. 581.]

Aus den dunkelsten und hellsten Proben und aus der Mitte der übrigen wählt man einen Ceresinkuchen aus, welcher in seiner Färbung dem Durchschnitt am meisten gleichkommt. Ein solches Ceresin bezeichnet man mit „normal“ oder „gut“ und hebt davon ein Standardmuster auf. Dann sucht man die dunkelsten Ceresinsorten zusammen, wie sie in der Regel aus Secunda- oder Starunia-Erdwachs erhalten werden, welche zwar bei ihrer Raffinirung einen grösseren Aufwand von Säure und Pulver erfordern, sich jedoch

gut pressen und filtriren lassen. Die dunkelste dieser Proben bezeichnet man mit der Dunkelnummer III und fügt nach Schätzung mit dem Auge zwischen dieser und der mit „gut“ oder „normal“ bezeichneten Nüance die Dunkelnummern II und I ein. Es wird dann ein mit Dn I bezeichneter Stoff, um auf normal oder gut gebracht zu werden, in der Regel einen Mehraufwand an Säure von 1 bis 2 Proc., ein solcher mit Dn II bezeichneter dagegen 2 bis 4 Proc., ein mit Dn III endlich noch mehr Säure erfordern, deren Procentsatz sich nicht mehr schätzen lässt. Ein Stoff, welcher trotz eines Mehrverbrauchs von 6 Proc. Säure sich nicht filtriren und pressen lässt, ist für die Ceresinfabrikation nach dem Schwefelsäureverfahren ungeeignet und erhält die Bezeichnung „unbrauchbar“. Besonders schöne Ceresinsorten, welche über dem Durchschnitt der guten liegen, kann man mit „schön“ oder „sehr schön“ bezeichnen. Körnige Waare erhält die Bezeichnung „körrig“ oder „sehr körrig“. Erstere schliesst die Verarbeitung auf weisses, letztere überhaupt auf gerührtes Ceresin aus. Derartige Stoffe verbraucht man entweder für den heissen Guss oder mischt sie mit zähen Stoffen, wobei man jedoch mit den erhaltenen Mischungen zunächst Proben anstellen und untersuchen muss, ob diese das Kaltröhren und bis zu welchem Grade vertragen. Sämmliche Standardmuster hüllt man in weisses oder blaues Papier und bewahrt sie an einem dunklen Orte auf, da auch das den Sonnenstrahlen ausgesetzte Ceresin etwas nachdunkelt.

Ein nicht zu unterschätzender Factor zur Beurtheilung des Ceresins ist der Schmelzpunkt, besonders wenn es sich um Paraffinlegirungen handelt. Die allgemein übliche und beste Art der Schmelzpunktbestimmung für alle Substanzen, deren Übergang vom starren in den flüssigen Zustand und umgekehrt nicht plötzlich, sondern allmählich stattfindet, ist die allbekannte Tropf-methode. Man liest, sowie der Tropfen des geschmolzenen Ceresins fällt, den Grad auf der Scala ab und betrachtet denselben als Schmelzpunkt. Oft beginnt das Wachs schon mehrere Grade vor Erreichung des Tropfpunktes zu schmelzen, ohne dass der Tropfen herunterfiele, der dann förmlich wie in einem Netz hängt. Namentlich das Staruniaerdwachs zeigt diese für kein gutes Zeichen geltende Eigenthümlichkeit. Zur Erlangung einer richtigen Durchschnittsprobe des zu untersuchenden Erdwachsес schlägt man von möglichst vielen Blöcken kleine Stücke ab, die zusammen etwa 30 k betragen

<sup>4)</sup> Vgl. L'Orosi 1888, 325; d. Z. 1889, 477.

müssen. Nachdem dieselben eingeschmolzen wurden, nimmt man daraus die kleine Probe für die Laboratoriumsanalyse und eine für etwaige Controlversuche. Durchaus zu empfehlen ist es, die Erdwachsballen mitten durchzuschlagen, um zu prüfen, ob nicht minderwerthige Nachgüsse darin enthalten sind.

Von allen im Handel gebräuchlichen Ceresincompositionen, welche das Ceresin billiger machen sollen, tragen diejenigen noch am meisten das Gepräge des Ceresins, welche aus Paraffin dargestellt sind. Das weisse Ceresin, besonders wenn es alle Eigenschaften besitzt, die an eine gute Qualität gestellt werden müssen, lässt sich mit 30, ja sogar mit 40 Proc. Hartparaffin legiren, ohne dass eine merkliche Änderung der Qualität wahrzunehmen wäre. Selbst der Schmelzpunkt wird nur unbedeutend heruntergebracht, so dass es oft nach dem blossem Augenschein unmöglich ist zu beurtheilen, ob ein Stoff rein ist oder Paraffin enthält. Im Allgemeinen kann man auf Vermischung damit schliessen, wenn die fragliche Waare sich zwischen den Fingern schuppig zerreiben lässt und diese schuppigen Bröckchen spiegelnden Glanz annehmen; indessen pflegt dies erst dann zu geschehen, wenn der Procentsatz an Paraffin die Zahl 40 überschritten hat. Ohne Zweifel spielt hierbei das zur Legirung verwendete Ceresin eine wichtige Rolle, denn ein dem Wolankawachs sich nähерndes Ceresin wird den Zussatz leichter verrathen als ein zäher hochschmelzender Stoff. Dasselbe, was beim weissen Ceresin das Hartparaffin bewirkt, thun beim naturgelben die amerikanischen Paraffinschuppen, indem sie dasselbe nicht verbessern, sondern billiger machen, denn auch aus letzterem lassen sich Compositionen mit 30 bis 40 Proc. Schuppen darstellen, die vom reinen naturgelben Ceresin nicht mehr zu unterscheiden sind, ja der Procentsatz an Schuppen lässt sich öfters, besonders bei zähem Stoff, noch merklich erhöhen, wenn das Rühren nicht zu weit getrieben wird. Daher ist es nothwendig, je mehr Paraffinschuppen in die Waare hineingezaubert werden sollen, dieselbe desto heißer zu giessen, will man nicht einen körnigen schaumigen, oder dem Wolankawachs ähnlichen Bruch erhalten.

Bei der Darstellung diesbezüglicher Mischungen ist nun noch zu erwähnen, dass das in Tafeln bezogene Paraffin zunächst auf Geruch und Weisse zu prüfen ist. Bezuglich der Weisse möchte ich dem thüringer Paraffin vor anderen Sorten den Vorzug geben, indessen sind nur wenige

Marken desselben völlig geruchfrei. Besser eignet sich in dieser Beziehung das schottische, am besten das amerikanische Paraffin. Auch ist letzteres billig und von hohem Schmelzpunkt, aber meistens nicht wasserhell und daher nur für Marken II und III geeignet. Die Mischung von Ceresin und Paraffin nimmt man in der Regel in den Rührbottichen vor. Man füllt dieselben zuerst mit geschmolzenem Ceresin an und giesst das mit Dampf im Holzbottich geschmolzene Paraffin hinein, welches zuvor entweder filtrirt sein oder sich sehr sorgfältig abgesetzt haben muss. Den geeigneten Grad, bei welchem die Composition gegossen wird, muss man vorher durch Probieren mit Posten von 5 bis 10 k festgestellt haben. Giesst man zu heiss, so wird die Waare zu transparent und erhält zu wenig Weisse; giesst man dagegen zu kalt, so werden die Stücke leicht schaumig und die Bruchfläche körnig. Übrigens fordert die Mode auch ihre Rechte in der Ceresinindustrie, denn während an manchen Plätzen das kalt gerührte, opake Ceresin beliebt ist, gibt man andererseits wieder dem heißer gegossenen, transparenten den Vorzug.

Ein anderes in der Praxis gebräuchliches Material zur Darstellung von Ceresincompositionen finden wir in dem Harz. Dieselben sind leicht zu erkennen, denn das Harz ist schon bei einem Gehalt von 10 Proc. augenscheinlich, besonders aber durch den Geruch nachzuweisen. Harzcompositionen, zu welchen man ausschliesslich naturgelbes Ceresin und amerikanisches Harz, das Colophonium des Handels, verwendet, sind stets spröder als reines Ceresin und werden beim Kneten zwischen den warmen Fingern schmierig und klebend. Selbst bei Anwendung sehr harten, gut abgeblasenen Colophoniums oder des sogenannten Patentharzes zeigen 10 proc. Harzlegirungen schon die Eigenthümlichkeit des Klebens. Die Mischung von Harz und Ceresin bleibt stets homogen, gleichviel wie man das Verhältniss der Composition nehmen mag. Das Schmelzen, besonders bei Compositionen mit mehr als 30 Proc. Harz, nimmt mehr Zeit in Anspruch. Da es nicht ratsam ist, das Harz über Feuer einzuschmelzen, weil es sich dadurch verfärbt, muss man gespannten Schlangendampf anwenden, kein Wasser in den Bottich geben und fortwährend umrühren. Ist die vollständige Lösung erfolgt, so kann man die Waare färben, Wasser dazu geben und zur Trennung der Schmutztheile einige Zeit durchkochen lassen. Die abgesetzte Mischung giesst man dann entweder heiß, oder, nachdem sie bis zu einem gewissen Grad kalt

gerührt wurde, in Formen. Die Gussstücke erkalten verhältnissmässig schnell und gehen leicht aus den Formen heraus. Die meisten Harzsorten, besonders das Colophonum, sind niemals so rein, dass sie nicht nach dem Zusammenschmelzen mit Ceresin einen Bodensatz bilden. Derselbe besteht aus braunen, humusartigen Flocken oder Krümeln, welche die Harzware, wenn sich dieselbe nicht gut abgesetzt hat, unansehnlich und schmutzig erscheinen lassen. Besonders wenn die Mischung kalt gerührt werden soll, ist mit peinlichster Sorgfalt darauf zu achten, dass dieselbe mindestens 5 Stunden, am besten eine Nacht lang sich abgesetzt hat, bevor sie in die Rührbottiche gelangt. Verwendet man französisches oder Patentharz zu Ceresinlegirungen, so kommt es häufig vor, dass dieselben beim Kaltröhren zu gerinnen anfangen. Es scheiden sich nämlich kochsalzähnliche Harzkristalle aus, welche das Aussehen der Compositionen ebenfalls verschlechtern können. Hat man eine Harzsorte, welche diese Eigenthümlichkeit zeigt, so darf man deren Composition nicht zu kalt röhren, sondern giesst sie bei einer mindestens  $2^{\circ}$  höher liegenden Temperatur, als bei welcher das Gerinnen stattfindet.

Harz und Paraffin sind wohl die beiden wichtigsten Stoffe, welche zur Darstellung von Ceresincompositionen angewendet werden, weil sie bedeutend billiger als reines Ceresin sind. Neuerdings ist man vielfach bemüht, solche Compositionen herzustellen, welche sich an Billigkeit gegenseitig überbieten, und bei denen die specifischen Eigenschaften des Harzes schwieriger zu entdecken sind. Solche Kunstproducte sind bereits mehrfach im Handel und ganz dazu angethan, dem reinen Ceresin eine wenigstens vorübergehende Concurrenz zu machen. Zur Darstellung von Kerzen sind derartige Compositionen selbstverständlich ausgeschlossen. Die Verwendung des Ceresins ist aber eine so mannigfache, dass sich auch für derartige Mischungen Absatz schaffen lässt, für welche namentlich Orient und Indien Käufer stellt.

Die Bezeichnung der verschiedenen Ceresinmarken im Handel ist noch immer der Willkür einer jeden Ceresinfabrik überlassen, da das Zusammengehen dieser Industrie noch nicht zur Durchführung gekommen ist. Daher sind auch die im Handel erscheinenden Ceresinmarken und ihre Bezeichnungen recht mannigfach. Vielleicht findet der an dieser Stelle angeregte Vorschlag zu einer einheitlichen Classificirung des Ceresins zukünftig einige Berücksichtigung. Danach möchte ich für weisses, zweimal raffiniertes Ceresin vier verschiedene Marken anerkennen,

deren am wenigsten weisse die Bezeichnung „Ceresin weiss No. III“, die helleren Nüancen „Ceresin weiss No. II und No. I“ und die lichteste Marke „Ceresin weiss No. I ff.“ erhält. No. V wäre dann einmal raffiniertes naturgelbes Ceresin; No. IV oder halbweisses Ceresin die Zwischenstufe zwischen Ceresin weiss No. III und Naturgelb. Zum Verständniss dieser Classificirung ist nun zum mindesten eine Feststellung der Nüancen beider extremen Ceresinmarken nothwendig. Daher möchte ich mit Ceresin weiss No. I ff. nur absolut wasserhelles, mit No. V dagegen ein mit 18 Proc. Schwefelsäure von 78 Proc. Anhydrid aus gutem Erdwachs erzeugtes Ceresin bezeichnen. Aber trotz dieser Einengung wird an eine völlige Übereinstimmung gleicher in verschiedenen Ceresinfabriken erzeugten Marken nicht zu denken sein, aber an eine annähernde, und das würde in den meisten Fällen wesentlich zur Verständigung im Handel beitragen.

In dem beim Pressen verbleibenden Pulverrückstande finden wir schwarze, körnige, durch die Einwirkung der Schwefelsäure auf Erdwachs gebildete Substanzen, die in der Praxis mit Asphalt oder Säureasphalt bezeichnet werden. Mit denselben innig vermischt ist das zur Entsäuerung und Entfärbung angewandte Pulver. Beide Stoffe, Asphalt wie Pulver, schliessen eine erhebliche, oft bis 50 Proc. betragende Menge Ceresin ein, welches vom Auge nicht wahrgenommen, wohl aber durch die Extraction mit einem geeigneten Lösungsmittel wiedergewonnen werden kann. Die asphaltartigen Ausscheidungen sind sich meistens ähnlich, aber ebenso wenig einander gleich wie die Säureausscheidungen bei der Behandlung verschiedener Mineralölfraktionen. Es gibt harten und weichen, groben und feinen Asphalt. Eine chemische Definition dieser Substanz ist nur unvollkommen, obwohl die Unterschiede bei der Extraction mit Benzin sehr merkbar sein können. Wenn man die Ceresinrückstände von der Erstraffinirung der Extraction mit Benzin so lange unterzieht, bis das kochende Lösungsmittel nur noch Spuren von Ceresin aufnimmt und die jetzt hinterbleibenden Extractionsrückstände der trocknen Destillation unterzieht, so erhält man einen gelbbraunen paraffinreichen Theer, welcher einige Ähnlichkeit mit der Paraffinmasse der Braunkohle zeigt. Die Ausbeute an Theer beträgt meistens 10 bis 12 Proc. vom Gewicht der Rückstände. Die Rückstände des weissen Ceresins, einer gleichen Behandlung unterzogen, ergeben dagegen meistens nur 1 bis 2 Proc. eines Destillats, welches nicht paraffinartig, sondern ölig ist.

Beide Rückstände zeigen diese Verschiedenheit oft schon in recht merkbarer Weise bei der Extraction mit Benzin. Die „weissen Rückstände“ verursachen dabei im Allgemeinen keine Schwierigkeiten, denn die Extraction verschiedener Chargen erfordert die nämliche Zeit, und die Ausbeute an Wachs bleibt stets die gleiche. Anders verhält es sich mit den „gelben Rückständen“. Diese sind in den seltensten Fällen ganz gleichmässig und verhalten sich deshalb auch bei der Verarbeitung meistens verschieden. Gelbe Rückstände, welche von minderen Erdwachsqualitäten, besonders aber solche, die aus einer sog. Versulzung herrühren, setzen der Extraction die grössten Schwierigkeiten entgegen. Der Asphalt derselben beginnt bei der Siedetemperatur des Benzins zu erweichen, sintert mit dem Extractionsgut zusammen und verstopt die natürlichen Poren und Gänge desselben derart, dass das Benzin nicht eindringen kann. Der Rückstand ist in solchem Falle nicht wachsfrei zu erhalten und wenn man die Extractionsdauer auf die doppelte als übliche Zeit ausdehnen wollte. Ein anderer ähnlicher Übelstand macht sich geltend bei solchen Rückständen, die beim Liegen im Freien während des Winters oder in nasser Jahreszeit viel Feuchtigkeit angezogen haben. Bei diesen ist es das Wasser, welches das Eindringen des Benzins verhindert. Daher ist es sehr zu empfehlen, die frischen Rückstände in geschlossenen oder wenigstens in bedeckten Räumen zu lagern. Die gelben Rückstände mischt man unter sich gut durcheinander und zwar am einfachsten dadurch, dass man bei der Füllung der Extractionsapparate den Rückstand niemals von einer Stelle, sondern stets von mehreren der Halde nehmen lässt. Der Lagerplatz der Rückstände soll möglichst nahe bei dem Extractionsgebäude liegen. Man fährt dieselben niemals höher als 1,5 m an und lässt zwischen den Haufen alle 10 Schritt kleine Zwischenräume stehen, die man durch Aufstellung doppelter Bretterwände herstellt. Dadurch vermeidet man das besonders in heißer Jahreszeit so leicht eintretende Erhitzen der Haufen, welches durch Verschweelen stets Verluste an Ceresin zur Folge hat. Es ist ferner notwendig, die Abladung der mit Rückstand gefüllten Handwagen niemals an einer Stelle, sondern an mehreren vorzunehmen und zeitweise durch Umgraben der Haufen nachzuforschen, ob in der Mitte derselben Erwärmung stattgefunden hat oder nicht. Sollte ein solcher Haufen in's Glühen gerathen sein, so muss man ihn möglichst schnell auseinanderwerfen und die Glut mit kalten Rückständen dämpfen.

Die Abkühlung geht in dieser Weise schnell vor sich. Wasser ist wegen seiner schon vorhin erwähnten störenden Eigenschaft zum Löschen peinlichst zu vermeiden. Was die Extraction des Erdwachs mit Benzin anbetrifft, so beruhen alle diesbezüglichen Einrichtungen auf der lösenden Einwirkung dieser Substanz in der Siedehitze. Die Construction derartiger Apparate wenn auch im Princip die nämliche, kann recht verschiedenartig sein. Veraltete Einrichtungen, bei welchen das wiedergewonnene Lösungsmittel durch Handpumpen in den Extractionskessel zurückbefördert, oder das abgetriebene Benzin in offenen oder lose zugedeckten Reservoirs, den Separateurs, aufgefangen wurde, sind heute kaum mehr in Gebrauch. Die bekanntesten und besten Extractionsapparate sind die von Wegelin & Hübner in Halle und von Lindner & Merz in Brünn. Beide Apparate bedürfen für die Ceresin-extraction einer kleinen, leicht auszuführenden Veränderung. Es ist nämlich wegen des feinkörnigen, dichten Materials notwendig, dass dasselbe in möglichst flachen Schichten in dem Extractionskessel zu liegen kommt. Man bringt daher in denselben drei oder mehrere mit Siebböden versehene eiserne Einsatzschalen, die mit den Rückständen angefüllt und übereinander in den Extractionszylinder eingesetzt werden. Die unterste Schale steht mit ihrem Rand auf einem am Boden des Apparats befindlichen Ring auf und wird durch eine in Wasserglas getränkete Hanfschnur, welche ihr Lager in einer Rinne dieses Ringes hat, abgedichtet. Der cylindrische Apparat wird durch einen eisernen Deckel mit Hanfschnur und Klemmschrauben gasdicht verschlossen. Auf diesem Deckel befindet sich ein niedriger Helm, dessen Hals von oben in die Kühlslange führt. Der Benzinabfluss des Kühlreservoirs führt seitlich in den Extractionszylinder unmittelbar unter dem Deckel. Von grosser Wichtigkeit ist es, den Extractionszylinder mit Benzin anzufüllen, allseitig abzuschliessen und ihn durch Schlangendampf unter Druck von 1 Atm. zu bringen. Das Benzin dringt dadurch bedeutend schneller in die Poren des Extractionsguts ein und erhält eine grössere Lösungsfähigkeit. In diesem Falle ist absolute Dichtheit des Apparates Haupt erforderniss, da andernfalls leicht Verluste an Benzin statthaben.

So einfach diese Extractionsapparate an sich auch sein mögen, so erfordert die Handhabung derselben bei der Ceresin-extraction eine gewisse Erfahrung und Vorsicht, welche weniger durch die Apparatur als vielmehr durch die Eigenthümlichkeit des

feinpulvigen asphaltartigen Extractionsguts bedingt wird. Die Böden dieser auf einander gestellten Schalen sind gelocht und, damit der Rückstand nicht hindurchfallen kann, mit Stroh oder Häcksel belegt. Bei der untersten Schale ist über die gelochte Bodenplatte ein feinmaschiges Messingsiebnetz angebracht, auf welches eine 50 mm starke Schicht Sägespäne kommt. Diese, gleichsam einen Filterboden bildend, wird mit einer ebenfalls durchlochten eisernen Platte bedeckt und durch kräftige Spreizung der letzteren oder eines darüber gelegten Ringes an dem verstärkten Schalenrande derartig festgepresst, dass eine Bewegung der Sägespäne oder das Aufheben der ganzen Filterschicht durch das kochende Benzin ausgeschlossen ist. Auf die Herrichtung dieses Siebbodens muss grosse Sorgfalt verwendet werden, denn andernfalls bohrt sich das kochende Lösungsmittel Gänge, durch welche es das Pulver hindurch in den Ceresinkessel wäscht. Ein derartiges, mit viel Pulver gemischtes, gelbes Extractionsceresin lässt sich aber äusserst schwierig wieder gut machen, denn es lässt sich ohne vorherige Behandlung mit Säure und Pulver nicht pressen. Es bleibt daher, wenn die Waare einmal auf diese Weise verdorben ist, nichts anders übrig, als dieselbe entweder mit gutem Extractionsceresin gemischt zu verarbeiten, oder nochmals von neuem zu extrahiren.

Das Extractionsceresin, welches durch übergerissene Pulvertheilchen meistens schwarz aussieht, wird dann in flache Formen im Freien vergossen und die Ceresintafeln nach der Abkühlung in Haufen zusammengestellt. Der Apparat wird geöffnet, die Schalen durch einen über dem Apparat befindlichen Laufkrahn herausgehoben, auf kleine Schienenwagen gestellt und zur Entleerung auf den für die Extractionsrückstände bestimmten Pulverhaufen gefahren. Die Grösse der Apparate ist so zu wählen, dass sie einen Fassungsraum für 2000 k nicht überschreiten, ebenfalls dürfen die Einsatzschalen nur eine Maximalhöhe von 500 mm haben. Die Arbeitszeit der Charge dauert je nach der Grösse des Apparats und der Beschaffenheit des Materials 20—100 Stunden. Grössere Apparate haben den Nachtheil, dass die Arbeit verhältnismässig noch langsamer vor sich geht, weil das Benzin in das fest zusammengedrückte Material schlechter eindringen kann.

Als Controle, ob eine Extractionscharge gut gearbeitet worden ist, bedient man sich eines kleinen Soxhlet'schen Extractionsapparats. Man entnimmt dazu eine Durch-

schnittsprobe von 3 bis 5 g Extractionsrückstand, wägt sie genau in eine kleine Papierdüte und bringt sie in den Apparat. Man extrahirt  $\frac{1}{2}$  Stunde mit 100 g Benzin, giesst den Kolbeninhalt in eine tarirte Abdampfschale, verdampft das Benzin auf dem Wasserbad und wägt das zurückbleibende Ceresin. Dasselbe darf nicht mehr als 3 Proc. vom Extractionsrückstand betragen, wenn richtig gearbeitet worden ist. Da nun aus den Extractionsrückständen des gelben Ceresins durch den Schweelprocess 10 Proc. Theer erhalten werden können, so ist es angezeigt in einer Gegend, wo das Brennmaterial sehr geringen Werth hat, diese Rückstände in angedeuteter Weise zu verwerten. Die weissen Rückstände sind nach dieser Richtung werthlos, weil sie nur bis 2 Proc. Destillat geben. Aber auch in anderer Art hat man sich vergeblich bemüht, eine Verwendung, und sei diese auch von noch so geringem Gewinne begleitet, für die mit der Zeit immer mächtiger anwachsenden Pulverhaufen grösserer Ceresinfabriken ausfindig zu machen. So hatte man früher besonders die Regenerirung derselben zu neuem Entfärbungspulver in's Auge gefasst. Es gelingt auch thatsächlich durch Abschweelen und Ausköchen mit verdünnter Salzsäure, Auswaschen und Trocknen daraus ein Pulver zu erhalten, welches entfärbende Eigenschaften besitzt; die entfärbende Kraft derselben ist indessen so schwach, dass sie mit den Kosten der Regenerirung in keinem rationellen Verhältniss steht. Auch die Versuche zur Anwendung für Stiefelwichse oder ähnliche schwarz färbende Mischungen sind erfolglos geblieben, weil dem Pulver die hierzu erforderliche Schwärze fehlt. Die einzige Nutzbarmachung bestände vielleicht noch für den Ackerbau. Besonders würde sich das Material zur Auflockerung schweren Bodens verwenden lassen, auch hat es infolge seines Gehalts an Alkalien, Gyps, Stickstoff und Phosphorsäure immerhin einigen Düngwerth. Auch in der Künstdüngerfabrikation könnte es vielleicht mit Erfolg verwendet werden; zu allen angeführten Zwecken jedoch nur immer dann, wenn keine Frachtkosten darauf zu schlagen sind, denn diese würden den Gewinn wieder aufzehren.

Das Extractionsceresin steht in der Qualität gegen das direct erhaltene etwas zurück, denn es besitzt einen vom Benzin herrührenden Geruch und eine dunkle Färbung. Das weisse Extractionsceresin lässt sich durch zwölfstündiges Erhitzen auf 180° und Behandlung mit 10 Proc. Entfärbungspulver auf die frühere Qualität zurückbringen, je-

doch ist diese lästige Arbeitsmethode zu vermeiden. Beim gelben Extractionsceresin ist die Raffinirung durch Pulver allein vollständig ausgeschlossen, weil sich dasselbe weder pressen noch filtriren lässt. Es ist daher durchaus zu empfehlen, gelbes wie weisses Extractionsgut mit Säure zu raffiniren. Wendet man bei dem gelben 8 bis 10 Proc. Säure und 3 Proc. Entfärbungspulver an, so erhält man es in der Regel etwas lichter als naturgelbes Ceresin. Aus weisser Extractionswaare kann man je nach der Menge der angewandten Säure No. I oder I ff. erzeugen. Das weisse Extractionsceresin hat die zähe Eigenschaft des aus gutem Erdwachs direct dargestellten stets verloren und zeigt grosse Neigung, Streifen zu bilden. Deshalb empfiehlt es sich, diesen Stoff, wenn er kalt gegossen werden soll, entweder mit zäher Waare zu mischen, oder ihn für heiss zu giessende Paraffinlegirungen zu bestimmen. Bei dem gelben Stoff erscheint die Textur nur wenig oder garnicht geändert, deshalb kann man ihn unbeschadet kalt rühren und als naturgelbes Ceresin verwerten. Schon in den Anfangsstadien der Ceresinfabrikation hat man versucht, das Erdwachs ohne Schwefelsäure, lediglich durch Entfärbungsmittel zu reinigen und, abgesehen von der pecuninären Seite, auch wohl mit einem Erfolg. Friedr. Redl (Hübner's Zeitschrift 1879, 57) berichtet i. J. 1879 über eine neue Methode, Erdwachs zu bleichen, welche von der Anwendung rauchender Schwefelsäure gänzlich absieht. Sie beruht allein auf Entfärbung durch thierische Kohle. Wenn man geschmolzenes Erdwachs mit der dreifachen Menge Thierkohle bei bestimmter Temperatur während 6 Stunden röhrt und dann die Masse in dazu geeigneten Extractionsapparaten durch Schwefelkohlenstoff oder Benzin extrahirt, so erhält man nach Entfernung des Extractionsmittels ein fast weisses Product, welches dem rohen Erdwachs in Consistenz und Bruch vollkommen ähnlich ist. In neuerer Zeit hat man derartige Versuche wieder in Anregung gebracht, als es gelungen war, die entfärbende Kraft gewisser Körper zu erhöhen. So gibt es tatsächlich Stoffe, welche, ohne wie Schwefelsäure einen Theil des Erdwachses zu zerstören, sich lediglich mit den die Dunkelfärbung bedingenden Körpern desselben beladen und eine Scheidung der reinen Kohlenwasserstoffe herbeiführen. Diese Entfärbungspulver sind theilweise ihren Erfindern patentirt, oder werden von denselben geheim gehalten. Sie bestehen hauptsächlich aus gefällter Kieselsäure oder gefällten kiesel-sauren Salzen, welche mit fein vertheiltem

Kohlenstoff imprägnirt sind. Schon R. Zaloziecki (Dingl. 265, 117) weist i. J. 1887 darauf hin, dass Aluminiumsilicat und Mangansilicat das Erdwachs viel wirksamer als Blutlaugen-salzrückstände entfärbten. Interessant zu beobachten ist die grosse entfärbende Kraft, mit welcher derartige Substanzen im Gegensatz zu den thierischen Entfärbungspulvern auf geschmolzenes Erdwachs einwirken. Schon 50 Proc. dieses Entfärbungspulvers genügen, um aus hochprima Erdwachs ein Ceresin zu erzeugen, welches bezüglich der Nüance dem Ceresin No. 5 nahezu gleichkommt. Das Ceresin zeigt aber einen intensiven gelbgrünen Ton, ein Beweis, dass dieses Pulver weniger auf die grünen Kohlenwasserstoffe als auf die kohlglichen Substanzen einwirkt. Nach dieser Behandlung lässt sich das Ceresin indessen sehr gut pressen und filtriren. Behandelt man das filtrirte Ceresin wieder mit neuen Mengen des Entfärbers, so erhält man es immer weisser, ja sogar wasserhell. Dass dieses Verfahren bisher wissenschaftlich zwar interessant, für die Praxis indessen werthlos geblieben ist, liegt einerseits in dem enormen Verbrauch an Entfärbern, welche zwar durch Extraction wiedergewonnen und nach der Belebung durch Abschweelen von neuem benutzt werden können; anderseits an der voluminösen Apparatur und dem gewaltigen Verbrauch an Lösungsmitteln und kann mit dem Schwefelsäureverfahren daher unmöglich in Concurrenz treten. Ja selbst wenn man von diesen schwerwiegenden Gründen Abstand nehmen wollte, würden noch andere dagegen sprechen, nämlich weil das auf diese Weise erhaltene Ceresin weder geruchfrei noch als Kerzenmaterial zu verwenden ist. Um den dem Erdwachs stets eigenen brenzlichen Geruch zu beseitigen und es der Kerzenfabrikation zugänglich zu machen, ist die Behandlung mit Schwefelsäure garnicht zu umgehen. Doch wäre es denkbar, diese Entfärbler im Verein mit Schwefelsäure erfolgreich zu benutz n. Wie weit dadurch die Produktionskosten erniedrigt würden, lässt sich natürlich nur dann beurtheilen, wenn man die Gestehungskosten der in Anwendung kommenden Entfärbler und deren Regenerationskosten weiss. — Die theilweise vertretene Ansicht, dass durch die Raffinirung mit Entfärbern die Plasticität dem Erdwachs nicht genommen wird im Gegensatz zur Raffinirung mit Schwefelsäure, welche dieselbe verringert, möchte ich dahin modifizieren, dass, so lange ein Ceresin nur die einmalige Raffinirung durch Schwefelsäure durchgemacht, dasselbe hinsichtlich seiner Plasticität nur wenig oder garnicht gelitten hat. Erst die zweite Behandlung auf Weiss

macht es härter und spröder, während die Entfärbere diese Veränderung tatsächlich nicht bewirkend. Ganz absurd aber ist die Ansicht, dass zur Darstellung von künstlichen Honigwaben nur mit Entfärbern dargestelltes Ceresin verwendet werden darf, weil angeblich die Bienen mit Schwefelsäure raffinirtes Ceresin sogleich herauskennen und auf's Empfindlichste meiden sollen.

### Brennstoffe, Feuerungen.

Koksöfen in den Vereinigten Staaten. Nach R. Volkmann (Österr. Zft. Bergh. 1893 S. 497) wird ausschliesslich der alte „Bee Hive“ Ofen verwendet, von 3,2 bis 3,7 m Durchmesser und 1,5 bis 2,2 m lichter Höhe. Die bienenkorbähnlichen Öfen sind entweder in einer Reihe aufgebaut und heissen dann „bank-ovens“ oder in Doppelreihen und werden dann „block-ovens“ genannt. Bei 67 Proc. Ausbringen entspricht die Ladung eines Ofens für 48 Stunden 4,5 t Koks.

Satzfangvorrichtung für Erdöl. C. Schmidt (D.R.P. No. 70 963) empfiehlt beim Abziehen von Erdöl u. dgl. in die Rohrleitung einen Satzfang einzuschalten. Das verunreinigte Petroleum strömt durch die Rohrleitung in der Pfeilrichtung durch den

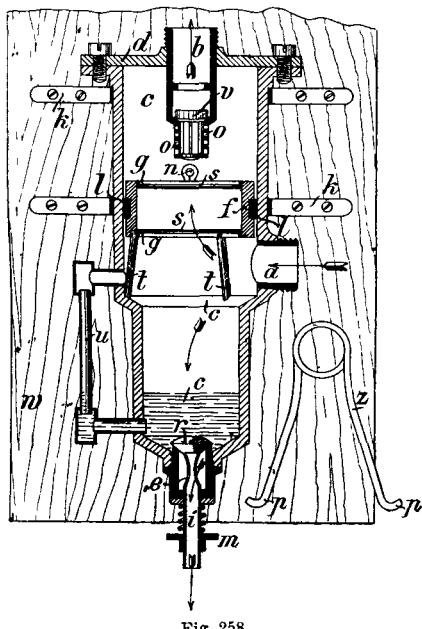


Fig. 258.

Stutzen *a* (Fig. 258) in den Cylinder *c* und füllt denselben an. Infolge der Saugwirkung wird es durch die beiden Siebe *s* nach oben gezogen und das Ventil *v* geöffnet, so dass

das gereinigte Erdöl durch die Öffnungen *o* in den Cylinder *b* eintritt und von da abgezogen wird. Die zurückgebliebenen Unreinigkeiten, welche durch die Siebe *s* zurückgehalten werden, sammeln sich im unteren Theil des Cylinders *c* an und sind durch das Glas *u* sichtbar. Will man sie entfernen, so hebt man das Ventil *r*, indem man durch den Bund *m* die Röhre *i* emporhebt. Dadurch strömen die Unreinigkeiten durch die Schlitze *e* in die Röhre *i* und fliessen in der Pfeilrichtung nach abwärts. Steht die Pumpe, so drückt das Petroleum in der Rohrleitung und im Cylinder *b* das Ventil *v* nach abwärts, so dass ein Zurückfliessen desselben durch die Öffnungen *o* unmöglich ist. Will man die Siebe reinigen, so entfernt man den Cylinderdeckel *d* und zieht die Siebe mittels der Zange *z* heraus, indem die Vorsprünge *p* in die Ösen *n* eingreifen. Die Siebe *s* befinden sich in einem Holzylinder *f*, welcher mit einer Filzeinlage *l* versehen ist, und sind durch Ringe *g* befestigt, mittels Stützen *t* stützt sich der Holzylinder auf den kegelförmigen Theil des Cylinders *c*. Der ganze Apparat ist an einer Wand *w* durch Reifen *k* befestigt.

Giftigkeit der ausgeatmeten Luft. Nach J. Beu (Z. Hyg. 14 S. 64) enthält 1 l Exspirationsluft 0,0017 mg, oder die aus täglich ausgeatmeten 9 cbm Luft niedergeschlagenen 300 cc Condensationsflüssigkeit 15 mg organische Stoffe. Versuche über die Giftigkeit derselben fielen aber negativ aus.

Zusammenhang der Steinkohlenablagerungen von Nordfrankreich und Südengland. Die vor einiger Zeit an der Südküste von England bei Dover erfolgte Erbohrung von Steinkohlen erregte berechtigtes Aufsehen. Unter der Kreide wurde Wealden in einer Mächtigkeit von 75 m durchbohrt, darauf 200 m Jurasschichten und unter diesen bei 400 m Teufe das Steinkohlengebirge angetroffen. In diesem wurde das Bohrloch noch 250 m weiter abgeteuft, wobei 8 bauwürdige Flötze von 60 bis 90 cm Mächtigkeit gefunden wurden. Es war Fettkohle mit 25 Proc. flüchtigen Bestandtheilen und von hohem Heizwerth. Nach den erhaltenen Pflanzenresten bestimmte R. Zeiller sie als gleichaltrig mit der oberen Flötzgruppe der Steinkohlenablagerung von Pas de Calais oder mit den hangendsten Flötzen von Somerset. Die Lage des Kohlenfundes mitten in dem 350 km breiten Zwischenraum zwischen den nordfranzösischen und englischen Steinkohlenablagerungen von Wales und Somerset schien die alte Idee eines