

Würde man x noch grösser wählen, so würde schon Öl mit der schwereren Flüssigkeit aus dem Rohr austreten. Macht man den Abstand x dagegen zu klein, so hat die Emulsion häufig nicht Zeit, sich zu trennen und es fliesst Öl zugleich mit der schwereren Flüssigkeit über den Rand herab.

Der Abstand x muss demnach für jedes Paar von Flüssigkeiten aus den specifischen Gewichten zuerst annähernd berechnet, dann aber noch empirisch so regulirt werden, dass die beste Wirkung erzielt wird.

Die Lage der Grenzschicht im Separator, entsprechend dem Abstande y , ist unabhängig von dem Mischungsverhältniss der beiden Flüssigkeiten.

Aber auch bei richtiger Einstellung des Apparates kommt es vor, dass die Emulsionen nicht genügend geschieden werden. Namentlich beim Waschen fetter Öle mit Laugen bleiben häufig grössere Fettmengen in den wässrigen Flüssigkeiten suspendirt. Ja es gibt Emulsionen, welche Ekenberg als „kritische“ bezeichnet, welche durch den Separator überhaupt nicht geschieden, sondern im Gegentheile noch stabiler gemacht werden. In solchen Fällen erzielt man meist durch Abänderung des Mischungsverhältnisses der Concentration der Waschflüssigkeit oder durch Arbeiten in der Wärme zufriedenstellende Resultate. Andererseits bringt oft ein mässiger Zusatz von Kochsalz oder Glaubersalz Abhilfe, doch darf der Salzgehalt des Waschwassers nicht so gross sein, dass die Seifen ausgesalzen werden, welche ausgewaschen werden sollen.

Man kann daher eine für eine bestimmte Fettart aufgestellte Waschbatterie nicht ohne weiteres für ein anderes Fett benutzen. Auch bei der Anwendung warmer Waschflüssigkeiten wird man nicht über die gerade nothwendige Temperatur gehen, weil das Aroma mancher Öle durch zu starkes Erwärmen leidet.

Zur Wiedergewinnung der in den Waschwässern enthaltenen Fettsäuren sammt geringen Mengen emulgirten Öles säuert man an, worauf das Fett an die Oberfläche steigt. Auch die bei den Waschungen mit Wasser oder verdünnten Säuren in Emulsion verbliebenen geringen Ölmengen werden nach einer der von Ekenberg bereits beschriebenen Methoden wiedergewonnen und in das Rohöl zurückgegossen oder als Secundafett an die Seifensieder abgegeben.

Hat man eine Waschbatterie nach Ekenberg einmal im richtigen Gang, so bietet sie ausser der Möglichkeit, continuirlich zu arbeiten, noch folgende Vortheile:

1. Das Rohöl kann, wie es von den Pressen kommt, in der Regel direct verarbeitet werden,

doch kann man, wo man es vortheilhaft findet, zuerst mit Wasser emulgiren und separiren, wobei die Zellreste u. dgl. vom Wasser mitgerissen werden.

2. Beim Raffiniren mit concentrirter Schwefelsäure werden 40 bis 60 Proc. Fett weniger verseift als bei dem gewöhnlichen Verfahren, das Product ist dementsprechend weniger sauer.

3. Der Separator scheidet die Schwefelsäure bis auf ca. 0,2 Proc. ab, was sonst nur durch mehrtägiges Stehen erreicht werden kann.

4. Der Rest von Schwefelsäure ist durch einmaliges, höchstens zweimaliges Waschen vollständig zu entfernen.

5. Behandelt man nach dem Raffiniren mit Schwefelsäure direct mit Alkali, so ist der Verbrauch an demselben, falls keine freie Fettsäuren vorhanden sind (Mineralöle), ein minimaler, weil eben nur 0,2 Proc. Schwefelsäure zurückgeblieben sind.

6. Die Ausbeute an reinem Öl ist bei richtig geleiteten Operationen in der Regel grösser als nach dem alten Verfahren.

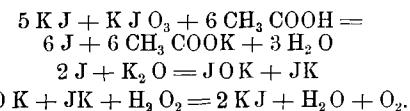
7. Freie Fettsäuren können bis auf 0,05 bis 0,10 Proc. ausgewaschen werden.

Zur Säurebestimmung im Essig.

Von

Dr. L. Vanino.

Baumann veröffentlichte in dieser Zeitschrift 1892 eine Reihe von Bestimmungen organischer und anorganischer Säuren mittels Jodkalium, jodsaurem Kalium und Wasserstoffsuperoxyd, welche von Kux (Z. anal. 1893) auf Veranlassung Baumann's einer eingehenden Prüfung unterzogen wurden. Unter Anderem bearbeitete Kux auch eine Essigsäurebestimmung, welche nach folgender Reaction verläuft:



Wie man aus der Zusammenstellung seiner Resultate ersieht, gestattet das Verfahren eine rasche und genaue Werthbestimmung der Essigsäure und was ein besonderer Vorzug bei dieser Methode ist, ist der eine Umstand, dass sie bei allen Sorten von Essig angewandt werden kann, während die übliche Titrationsmethode mit KOH und Phenolphthalein bei stark gefärbten Essigsorten unbrauchbar ist. Kux benutzt zur Bestimmung das von P. Wagner abgeänderte Azotometer. Wenn auch zugegeben werden muss, dass dieses gasanalytische Instrument Sicherheit gewährt, so möchte ich doch dem Praktiker für obigen Zweck die Benutzung des Apparates empfehlen, welchen ich seiner-

zeit zur Bestimmung des Chlorkalkes anwandte (d. Z. 1890, 509), da derselbe viel leichter zu handhaben und viel billiger zu stehen kommt, weil derselbe aus Gegenständen zusammengesetzt werden kann, die doch in jedem Laboratorium vorhanden sind. Ich lasse im Folgenden nun die Ausführung und die Resultate meiner Untersuchung folgen.

Zur Gehaltsbestimmung verwendete ich gewöhnlichen gefärbten Speiseessig und stellte den Gehalt desselben zur Controle titrimetrisch mit Kalilauge fest. Eine gleiche Menge, nämlich 10 g, nahm ich zur gasvolumetrischen Bestimmung in Angriff, brachte dieselbe, gemischt mit einer Lösung von 4 g Jodkalium und 0,8 g jodsaurem Kalium, mittels einer Pipette in den unteren Theil eines gewöhnlichen Präparatenglases, in welchem ein kleiner Glascylinder eingeschmolzen war, der zur Aufnahme des alkalisch gemachten Wasserstoffsuperoxydes diente¹⁾.

Nach mindestens 2 stündigem Stehen setzte ich das Gefäß in Verbindung mit dem Apparate, brachte es dann, indem ich die Wandungen desselben möglichst wenig mit der Hand berührte, in eine rasche, drehende Bewegung und schüttelte tüchtig um, um die beiden Lösungen so schnell wie möglich zu vermischen. Der sich entwickelnde Sauerstoff drängte nun ein ihm gleiches Volumen Wasser aus der Ausflusssröhre in das graduirte Messgefäß. Man wartet bei jedem Versuch ungefähr fünf Minuten und liest dann die Wassermenge in dem Cylinder ab. Die Berechnung kann mittels der von Kux berechneten Tabelle geschehen.

Hat man z. B. bei 17° und einem reducirten Barometerstand von 718 mm bei Anwendung von 10 g 120 cc abgemessen, so erhalten wir durch eine einfache Multiplication den Procentsatz des Essigs an Essigsäure.

Temperatur 17°. Barometerstand red. 718 mm.
1 cc Sauerstoff = 4,67 Essigsäure
Abgemessen 120 = 5,604 Proc.

Resultate meiner Analysen.

- Angewandt 10 g.
Temperatur 15°. Barometerstand red. 708 mm.
1 cc Sauerstoff = 4,647 Essigsäure
Abgemessen 140 = 6,50 Proc.
- Angewandt 10 g.
Temperatur 15°. Barometerstand red. 708 mm.
1 cc Sauerstoff = 4,647 Essigsäure
Abgemessen 141,5 = 6,57 Proc.

¹⁾ Bei meinen Chlorkalkbestimmungen benutzte ich ein Glas, in welchem das zur Aufnahme des H₂O₂ dienende Gefäß nicht im Glas eingeschmolzen, sondern oberhalb des Stopfens angebracht war. Letzteres erwies sich deshalb als unpraktischer, weil durch diese Art von Vorrichtung das Vermischen verlangsamt wird.

3. Angewandt 10 g.
Temperatur 16°. Barometerstand red. 710 mm.
1 cc Sauerstoff = 4,639 Essigsäure
Abgemessen 143 = 6,63 Proc.

4. Angewandt 10 g.
Temperatur 16°. Barometerstand red. 710 mm.
1 cc Sauerstoff = 4,639 Essigsäure
Abgemessen 143 = 6,63 Proc.

5. Angewandt 10 g.
Temperatur 16°. Barometerstand red. 710 mm.
1 cc Sauerstoff = 4,639 Essigsäure
Abgemessen 142,5 = 6,61 Proc.

Die volumetrische Bestimmung ergab folgende Resultate:

1. Titration 6,62
2. Titration 6,61
Mittel der volumetrischen Versuche 6,615
Mittel der gasanalytischen Versuche 6,588.

Die Brauchbarkeit des Apparates zu diesem Zwecke wird durch diese Analysen bestätigt, die Vortheile desselben liegen in der ausserordentlichen Einfachheit und der daraus entspringenden leichten Handhabung.

Zur Brennstoffuntersuchung.

Von

Ferd. Fischer.

Bestimmung des Schwefels in Brennstoffen. Verschiedene Anfragen bez. der S. 576 d. Z. gemachten kurzen Angabe möge das Verfahren ausführlicher angegeben werden.

Wie bereits erwähnt, kommt bei der Beurtheilung der Kohlen in weitaus den meisten Fällen nur der Schwefel in Betracht, welcher bei der Vergasung bez. Verbrennung als Schwefligsäure bez. Schwefelsäure entweicht. Der als Sulfat o. dgl. in der Asche zurückbleibende Schwefel kann nur bei Schmelzprozessen (Sodaöfen, Hochöfen u. dgl.) in Betracht kommen, wo die fraglichen Stoffe mit der Asche in Berührung kommen. Nur für Reductionskohle bez. Schmelzkoks hat somit die Angabe des Gesamtschwefels Bedeutung, für Feuerungskohlen u. dgl. kann sie zu ganz falschen Schlüssen führen.

Die schon von Warren (1866), Mixter (1873), Sauer (1873) und Brügelmann (1876) vorgeschlagene Verbrennung im Sauerstoff wurde vom Verf.¹⁾ vereinfacht. Anfangs wurde die gebildete Schwefligsäure mit bromhaltiger Salzsäure oxydiert, dann²⁾ mit Wasserstoffsuperoxyd. Hat man reines Wasserstoffsuperoxyd zur Verfügung, so kann man

¹⁾ Ferd. Fischer: Chemische Technologie der Brennstoffe. 1880. S. 119.

²⁾ Ferd. Fischer: Handbuch der chemischen Technologie. 1889. S. 9.