

### Fortschritte in der Rübenzuckerfabrikation 1906—1908.

Von Dr. H. CLAASEN.

Eingegangen 27./4. 1909.

#### 1. Rüben und Rübenanbau.

In den letzten Jahren, besonders im Jahre 1908, haben die Zuckerrüben einen Zuckergehalt gehabt, wie man ihn vor kurzer Zeit noch für unmöglich hielt; man hat Rüben bis zu 27% Zuckergehalt geerntet. Der durchschnittliche Zuckergehalt läßt sich am sichersten durch die in den Fabriken erzielten Ausbeuten an Rohzucker nachweisen. Während die Ausbeute an Rohzucker aller Produkte in den Jahren 1890—1894 12,1%, 1895 bis 1899 13,17% war, betrug sie 1900—1904 bereits 14,4%, 1905 14,92%, 1906 14,97%, 1907 14,96% und 1908 annähernd 16,0%. Die außerordentliche Steigerung im Jahre 1908 ist zum großen Teil allerdings auf die außergewöhnlichen Witterungsverhältnisse zurückzuführen, aber der Grund für die unzweifelhafte, starke Zunahme des Zuckergehaltes der Rüben ist in der neuen Zuchtichtung zu suchen, welche, wie Briem (Österr. Z. Zuckerind. 1909, 32) hervorhebt, durch Berücksichtigung, des inneren Baues der Rübe und der Ernährungslehre den histologischen Bau der Zuckerrübe völlig geändert hat. Der Zellenbau hat sich derart verändert, daß größere Zuckeraufspeicherungen in den Zellen möglich geworden sind, und das Ernährungsvermögen der ganzen Pflanze läßt eine viel stärkere Düngung zur Erzielung hoher Erträge zu, ohne daß der Zuckergehalt und die Reinheit der Säfte dadurch geschädigt werden. Wenn die jetzt so hoch gezüchtete Rübe überhaupt gut gedeihen soll, so muß sie sogar stark gedüngt werden; sie verwendet den Stickstoff und die Kaliumsalze zum Vorteil für ihr Wachstum, lagert aber den überschüssigen Stickstoff und die überschüssigen Alkalisalze nicht mehr in der Wurzel, sondern in den Blättern ab. Zu dieser Erkenntnis haben die ausgedehnten Versuche der Bernburger Versuchsstation, von Strohmeyer, Briem und Fallada, sowie von Andriak viel beigetragen. Die Zuckerrübe hat daher einen viel üppigeren Blattwuchs als die Futterrübe, und die Blätter bilden, eben weil sich in ihnen eine große Menge Nährstoffe abgelagert hat, einen wertvollen Futterstoff für den Landwirt, so daß sogar die Trocknung der Blätter immer mehr Anhänger findet. Daß durch die neuere Züchtungsmethode das Erntegewicht nicht abgenommen hat, zeigt die Statistik ebenfalls; auf 1 ha wurden geerntet: 1870 bis 1880 250 dz, 1880—1890 300 dz, 1890—1900 310 dz und 1900—1908 300 dz, wobei in diesem letzten Abschnitt die völlige Mißernte des Jahres 1904 einbegriffen ist.

#### 2. Analytisches.

Von einigen französischen Chemikern wird eine Einigung über die Höhe des Normalgewichts für die Polarisation des Zuckers und über den Indicator, welcher für die Alkalitätsbestimmungen angewandt werden soll, angestrebt, aber ihre Vorschläge, das Normalgewicht auf 20 g (statt 16 g in Frankreich und 26 g in Deutschland) und als Indicator Lackmus festzusetzen, haben nicht die Zustimmung der Mehrzahl der Zuckerchemiker gefunden. Es ist vielmehr anzunehmen, daß das deutsche Normalgewicht von 26 g dauernd beibehalten werden wird, und daß das Phenolphthalein sich immer mehr als Indicator für den Betrieb und die Handelsanalysen einbürgern wird.

Über die richtigste Ausführung der Rübenanalyse hat sich im Anschluß an die später zu erwähnenden Elsdorfer Versuche eine sehr breite Diskussion entsponnen, an der sich eine große Zahl von Chemikern beteiligt hat. Man kann aber nicht sagen, daß dabei etwas Neues herausgekommen ist; es hat sich nur gezeigt, daß viele Chemiker die wässrige Digestion mehr oder weniger falsch ausführen, ja, daß selbst der Erfinder dieser Untersuchungsmethode, H. Pellet, sie nicht fehlerfrei beschreibt. Als Ergebnis des langen Streitens kann man feststellen, daß die kalte, wässrige Digestion als nicht in allen Fällen zuverlässig erkannt ist, so daß sie nicht für grundlegende Versuche angewandt werden darf. Zuverlässig ist nur die heiße, wässrige Digestion, wenn sie genau den Vorschriften entsprechend ausgeführt wird, nämlich: Anwendung der richtigen Menge Bleiessig, genügend langes Erwärmen auf 90—95°, richtiges Auffüllen bei der Maßmethode und Anwendung eines nicht zu groben Breies.

Strohmeyer<sup>1)</sup>, Herles<sup>2)</sup> und andere Chemiker haben die Rübensäfte nach der Inversionsmethode untersucht und dabei teilweise sehr erhebliche Unterschiede gegenüber der direkten Polarisation gefunden. Die Richtigkeit dieser Ergebnisse wird von Herzfeld und ganz energisch von Pellet<sup>3)</sup> bestritten, da nach ihrer Ansicht die Ausführung der Untersuchung fehlerhaft ist. Ebenso wenig stimmen die Ansichten der Zuckerchemiker über das Vorhandensein rechtsdrehender Nichtzuckerstoffe im Diffusionsaft und deren Fällbarkeit durch Kalk überein. Herles<sup>4)</sup> will solche drehenden Nichtzuckerstoffe nach einer von ihm ausgearbeiteten, neuen Untersuchungsmethode nachgewiesen haben, während Herzfeld<sup>5)</sup> und

<sup>1)</sup> Österr. Z. d. Zuckerind. 1908, 327.

<sup>2)</sup> Böhm. Z. d. Zuckerind. 1906, 50.

<sup>3)</sup> Sucr. ind. 1906, 548.

<sup>4)</sup> Böhm. Z. Zuckerind. 1908, 1 (vgl. a. die Verhandl. der Sektion V des Lond. Kongresses S. 1132).

<sup>5)</sup> D. Zuckerind. 1908, 867.

Weisberg<sup>6)</sup> dieses Ergebnis auf Grund ihrer früheren Untersuchungen anzweifeln und die Herlessche Methode nicht als fehlerfrei ansehen.

Die von Strohmeyer bereits im Jahre 1884 eingeführte Bestimmung des Zuckers durch ein Refraktometer ist neuerdings wieder unter Benutzung des Abbéschen Refraktometers zur Bestimmung der Dichte an Stelle der Trockensubstanzbestimmung in reinen und unreinen Lösungen empfohlen worden. Mainwar der erste, der die refraktometrische Bestimmung in die Praxis einführt, und ausführliche Untersuchungen haben von Lippmann<sup>7)</sup> und Lange<sup>8)</sup> gemacht. Letzterer fand, daß die refraktometrisch ermittelten Werte zwischen der wahren Trockensubstanz und den pyknometrisch bestimmten Brixgraden liegen, so daß mit dem Refraktometer ein neuer Wert eingeführt wird, der aber in keinem festen Verhältnis zu den anderen Werten steht. In sehr unreinen Sirupen und rohen Rübensäften werden die Unterschiede sehr groß. Es scheint daher, daß der allgemeinen Einführung des Refraktometers in die Praxis der Rübenzuckerfabrikation wichtige Bedenken entgegenstehen, dagegen wird dieser Apparat in Raffinerien bei den mehr gleichartig bleibenden Lösungen gute Dienste leisten.

Eine für die Raffinerien sehr wichtige Frage, nämlich die nach dem Gehalt der Rohzucker an kristallisiertem Zucker, suchte Koydl<sup>9)</sup> durch eine Abänderung des Scheiblerschen Verfahrens der Auswaschung des Rohzuckers mit alkoholischen Zuckerlösungen zu beantworten. Er benutzt vier verschiedene Zuckerlösungen, die nacheinander zum Auswaschen der Rohzucker verwendet werden; die ersten drei sind mit Essigsäure angesäuerte, alkoholische, gesättigte Zuckerlösungen mit steigendem Gehalt an Alkohol und die letzte absoluter Alkohol. Mittels des auf diese Weise ermittelten Gehalts der Rohzucker an Kristallen und aus der Analyse berechnet Koydl dann weiter die Zusammensetzung des den Kristallen anhaftenden Sirups. Claassen<sup>10)</sup> hebt die Wichtigkeit einer solchen Untersuchung hervor, äußert aber gleichzeitig Bedenken, daß die Methode immer richtige Resultate geben wird, weil durch die Zugabe der alkoholischen Lösungen die Sättigungsverhältnisse der Sirupe geändert werden, und daher Zucker während des Auswaschens aus den Sirupen ausgefällt werden kann. Nach seiner Ansicht ist eine solche Ausfällung bei der Wiederholung der Koydlschen Versuche durch Politzer<sup>11)</sup> tatsächlich eingetreten. Freist<sup>12)</sup> suchte diese Ausfällung nachzuweisen, Koydl<sup>13)</sup> bestritt aber die Richtigkeit dieser Versuche, so daß die ganze Frage noch strittig ist<sup>13a)</sup>.

<sup>6)</sup> Bll. Ass. chim. franç. 1908, 902.

<sup>7)</sup> D. Zuckerind. 1908, 106. Diese Z. **21**, 1034.

<sup>8)</sup> Z. Zuckerind. 190, 177. Diese Z. **21**, 1664 (1908).

<sup>9)</sup> Österr. Z. Zuckerind. 1906, 277. Diese Z. **20**, 1121 (1907).

<sup>10)</sup> Zentralbl. Zuckerind. 1908, 842.

<sup>11)</sup> Österr. Z. Zuckerind. 1908, 31. Diese Z. **21**, 1036 (1908).

<sup>12)</sup> Zentralbl. Zuckerind. 1908, 40.

<sup>13)</sup> Zentralbl. Zuckerind. 1908, 181.

<sup>13a)</sup> vgl. Pallet Internat. Kongreß S. 1133.

Von verschiedenen Seiten ist eine elektrochemische Methode zur Bestimmung des absoluten Neutralisationspunktes von Lösungen empfohlen worden. Da nun die Alkalitätsbestimmungen, also auch der Neutralisationspunkt in der Zuckerindustrie sowohl für den Betrieb, als auch für den Handel von großer Bedeutung sind, so wurden in dem Institut des Vereins der deutschen Zuckerindustrie von Lange<sup>14)</sup> Versuche in dieser Richtung angestellt, die aber fast gänzlich negative Resultate gaben. Zunächst fällt der mittels Leitfähigkeitsmessungen oder Konzentrationsketten festgelegte Neutralisationspunkt nicht mit dem durch Farbindicatoren ermittelten zusammen; am nächsten kommt ihm der mit Phenolphthalein bestimmte. Dann läßt sich der Neutralisationspunkt reiner Zuckerlösungen zwar mit den elektrischen Methoden bestimmen; sie versagen aber vollständig bei unreinen Zuckerlösungen, wo die Neutralitätsfrage hauptsächlich von Bedeutung ist.

### Die Zuckerfabrikation.

Zum Heben von Rüben und Schwemmwasser sind seit einigen Jahren Mampumpen in Benutzung, welche für diesen Zweck zweckentsprechend gebaut sind. Sie bestehen aus einem ungleichschenkligen U-Rohr, in dessen kurzen Schenkel Rüben und Wasser einströmen, während die Luft in den untersten Teil des längeren Schenkels eingepreßt wird. Die Leistung dieser Pumpen ist eine sehr große, und der Kraftbedarf soll nicht größer als bei den üblichen Hebevorrichtungen sein.

Zur Verbesserung der Leistungsfähigkeit der Schnitzelmaschinen werden, einer Anregung Claassens folgend, von den Maschinenfabriken jetzt Andruckkanäle über den Schneidscheiben angebracht, in welchen die aus dem Fülltrichter einfallenden Rüben durch die Bewegung der Schneidscheibe an diese und die Messer angedrückt werden. Die Leistung wird dadurch beinahe verdoppelt, und die Schnitzel werden gleichmäßiger.

Außerordentlich rührige Tätigkeit herrschte auf dem Gebiete der Saftgewinnung sowohl zur Verbesserung des üblichen Diffusionsverfahrens, als auch zur völligen Verdrängung desselben.

Die Verbesserungen des Diffusionsverfahrens erstrecken sich hauptsächlich auf Anfang und Ende des Arbeitsvorganges. Die Diffusion tritt bekanntlich erst dann zwischen dem Saft der Rüben und den auslaugenden Flüssigkeiten ein, wenn die Zellen durch Temperaturen von 65–70° abgetötet sind. Daher hat man die Bestrebungen, welche Melichar und Naudet begonnen haben, weiter fortgesetzt, die Rübenschnitzel sofort nach dem Einfüllen in den Diffuseur auf mindestens 70° zu erwärmen. Köhler<sup>15)</sup> will dies dadurch erreichen, daß er die vorhandenen Anwärmer der Diffusionsbatterie zu 2 oder 3 miteinander verbindet und den Maischsaft in ihnen hoch erwärmt, während Kaiser<sup>16)</sup> die Schnitzel mit niedrig gespanntem Dampf in dem Diffuseur auf 70° bringen will.

<sup>14)</sup> Z. Zuckerind. 1908, 453.

<sup>15)</sup> Z. Zuckerind. 1906, 683.

<sup>16)</sup> Zentralbl. Zuckerind. 1908, 569.

Am Ende der Diffusionsbatterie ist es die Benutzung der Diffusionswässer als Druckflüssigkeit, welche angestrebt wird. Das bereits in einem früheren Bericht erwähnte Verfahren von Pfeiffer, bei welchem die einzelnen Diffusionswässer nach ihrem Zuckergehalt getrennt in die Batterie zurückgeführt werden, hat sich in der Praxis in mehreren Fabriken bewährt. Claassen<sup>17)</sup> ist der Ansicht, daß diese Trennung der Wässer keinen Nutzen bringt, und gründet ein anderes Verfahren auf die Rückführung des gemischten Diffusionswassers (Ablaufwasser, Preßwasser und nötiges Frischwasser), wobei er den Schwerpunkt auf die Beseitigung der feinen Pülpe legt. Diese feine Pülpe, welche durch die üblichen Pülpfänger nicht aufgefangen werden kann, sammelt sich in dem umlaufenden Diffusionswasser immer mehr an, legt sich als dichte Haut auf die Schnitzel des jedesmal letzten Diffuseurs und hindert so die Saftströmung schließlich derart, daß die Arbeit völlig stockt. Zur Ausscheidung dieser Pülpe empfiehlt Claassen<sup>18)</sup> eine systematische Klärung der Abwässer. Die in dieser Weise verbesserte Arbeitsweise ist von ihm dann chemisch kontrolliert worden<sup>19)</sup>. Die Reinheit der gewonnenen Diffusionsäfte war etwas höher, als die bei der üblichen Diffusion mit frischem Wasser. Sämtlicher Zucker (Polarisation) und sämtliche Trockensubstanz der Rüben wurde im Diffusionsaft und in den Preßlingen (Trockenschnitzeln) wiedergefunden, so daß auch bei dieser Arbeitsweise Verluste durch die Tätigkeit von Mikroorganismen ausgeschlossen sind. Der Säuregehalt nimmt zwar in den Diffusionswässern eine gewisse Höhe an, aber die Säure stammt nicht von irgend welchen Gärungserscheinungen her, sondern aus der feinen Pülpe, aus welcher sich Pektinsäuren lösen. Die Arbeitsweise kann beliebig dahin abgeändert werden, daß bald möglichst viel Zucker in dem Saft gewonnen wird, bald mehr Zucker in den Preßlingen bleibt, um so ein zuckerreicheres Futter in größeren Mengen herzustellen. In diesen Preßlingen verbleiben natürlich auch die sämtlichen Nichtzuckerstoffe, welche sonst in den Abwässern verloren gingen; um deren Menge, welche etwa 0,5 bis 0,75% der Rüben beträgt, erhöht sich die Ausbeute an Trockenschnitzeln, so daß die Rückführung der Diffusionswässer als ein sehr rentables Verfahren bezeichnet werden muß, abgesehen von dem großen Vorteil, daß dadurch die schädlichsten Abwässer völlig beseitigt sind.

Herzfeld hat in der Zuckerfabrik Rethen das Pfeiffersche Verfahren im Auftrage des Vereins der deutschen Zuckerindustrie geprüft und die von vielen noch immer bezweifelte Tatsache festgestellt, daß die Diffusion ohne jede Störung mit Rückführung sämtlicher Diffusionswässer betrieben werden kann<sup>20)</sup>. Im übrigen bestätigt er die Ansicht Claassens, daß die getrennte Rückführung der Diffusionswässer keinen Vorteil bietet, und daß es sich empfiehlt, den Säuregehalt der Säfte dauernd zu überwachen.

Eingehender als dieses Verfahren hat Herzfeld im Jahre 1906 das Steffensche Brühverfahren in der Zuckerfabrik Elsdorf geprüft. Bei diesen Elsdorfer Versuchen sollte nicht bloß eine analytische Prüfung des Verfahrens stattfinden, sondern auch eine genaue Ausbeutebestimmung im Vergleich zum Diffusionsverfahren, um die Behauptung des Erfinders zu prüfen, daß nach seinem Verfahren mehr Zucker in allen Produkten gewonnen werde, als in den Rüben nach der üblichen Methode nachgewiesen werde. Das Ergebnis war ein sehr überraschendes, da tatsächlich bei dem Brühverfahren 0,48% Zucker mehr in den Produkten nachgewiesen wurde, als in den Rüben ermittelt worden war, während bei dem Diffusionsverfahren ein unbestimmter Verlust von 0,19% gefunden wurde. Wegen der Einzelheiten des höchst interessanten Versuches muß auf den Bericht der Kommission verwiesen werden<sup>21)</sup>. Natürlich rief dieses Ergebnis eine Menge kritischer Besprechungen hervor. Die Versuche mit dem Brühverfahren und dem Diffusionsverfahren wurden überhaupt als nicht vergleichbar dargestellt, da sie am Schluß der Kampagne mit Rüben angestellt wurden, die bereits stark gelitten hatten, ja teilweise schwarz geworden waren. Die Probenahmen wurden teilweise als nicht sachgemäß, die Verwiegung der Rüben als nicht genau erachtet, und die Anwendung der kalten wässerigen Digestion als ein Hauptgrund für das eigentümliche Resultat hingestellt (siehe oben).

Vieles bei diesen Beanstandungen muß als berechtigt anerkannt werden, wenn auch manche Übertreibungen der Kritik vorkamen, wie Herzfeld durch weitere Versuche zur Aufklärung etwaiger Fehler bei der Probenahme und Untersuchung ebenfalls wieder in Elsdorf nachweisen konnte<sup>22)</sup>. Jedenfalls ist die Mehrzahl der Zuckertechniker der Ansicht, daß, so interessant und wertvoll die Elsdorfer Versuche auch sind, weitergehende Schlußfolgerungen daraus nicht gezogen werden dürfen.

Die Preßdiffusion von Hyros-Rak ist 1907 in einer deutschen Zuckerfabrik aufgestellt und hat nach Emmerich<sup>23)</sup> zeitweise mit Erfolg gearbeitet. Es treten aber immer noch mechanische Schwierigkeiten im Betriebe auf, so daß ein abschließendes Urteil über diesen interessanten Apparat noch nicht gefällt werden kann.

Untersuchungen über die Zusammensetzung von Diffusionsäften veröffentlichte Andriak<sup>24)</sup>, aus welchen hervorgeht, daß diese Säfte in jedem Jahre verschiedene Mengen stickstoffhaltiger Stoffe, Alkalien und organischer Säuren enthalten.

Für die Reinigung der Säfte sind wiederum neue Mittel und Verfahren erfunden worden, so daß jetzt die Zahl der empfohlenen Reinigungsmittel nach einer Zusammenstellung v. Lippmanns<sup>25)</sup> auf über 600 gestiegen ist. Es erübrigt sich daher, auf die neuerlich vor-

<sup>17)</sup> Z. Zuckerind. 1906, 260. Diese Z. 21, 26 (1908).

<sup>18)</sup> Z. Zuckerind. 1908, 225 u. 1101.

<sup>19)</sup> Z. Zuckerind. 1907, 525 u. 1908, 407.

<sup>20)</sup> Z. Zuckerind. 1909, 591. Diese Z. 22, 892 (1909).

<sup>21)</sup> Z. Zuckerind. 1907, 146.

<sup>22)</sup> Z. Zuckerind. 1908, 399.

<sup>23)</sup> Z. Zuckerind. 1908, 707.

<sup>24)</sup> Böhm. Z. Zuckerind. 1907, 440.

<sup>25)</sup> D. Zuckerind. 1909, 9.

geschlagenen Stoffe, wie Kieselfluorwasserstoffsäure, unterchlorigsaure Salze, Eisensulfat in Verbindung mit Kalk, Calciumsulfid und Ammoniumsalzen usw. näher einzugehen. Auch die Anwendung der von G a n s<sup>26)</sup> hergestellten Aluminiumsilicate (Permutite) zur Umwandlung der Alkalisalze der Säfte in Kalksalze, die tatsächlich in vollkommener Weise gelingt, ist für die Praxis wertlos, da, wie C l a s s e n<sup>27)</sup> durch eingehende Krystallisationsversuche nachgewiesen hat, die Kalksalze die Viscosität der Sirupe stark erhöhen und die Krystallisation und das Verkochen erschweren.

Nur ein Stoff hat sich als wirklich brauchbar für eine Anwendung in der Zuckerindustrie erwiesen, das Hydrosulfit als Natrium- oder Calciumsalz. Für die Rohzuckerindustrie bietet es allerdings auch kaum einen Nutzen, dagegen hat es sich in den Raffinerien, besonders in den mit wenig oder keiner Knochenskohle arbeitenden, sehr gut zur Entfärbung der Säfte bewährt. Es wirkt sehr energisch entfärbend auf die Farbstoffe, welche aus den Rüben stammen, und welche aus dem Zucker bei längerem Erhitzen als Zwischenstufen vor der Caramelbildung entstehen. Aber auch auf die echten Caramelfarbstoffe wirkt es entfärbend, wie H e r z f e l d in seinen eingehenden Versuchen<sup>28)</sup> nachgewiesen hat, wenn auch die Wirkung sehr verschieden ist, und die aufgehellten Säfte häufig wieder nachdunkeln.

Das Verfahren von K o w a l s k i und K o s a k o w s k i<sup>29)</sup>, auch Indicativverfahren genannt, soll eine bedeutende Ersparnis an Kalk ohne Schädigung der Reinigungswirkung dadurch herbeiführen, daß der Kalk in zwei Gaben zugesetzt wird. Für die erste soll mittels Tanninprobe eine analytische Bestimmung der zur Scheidung nötigen Menge Kalk (etwa 0,3—0,6% der Rüben) stattfinden, welche kalt zugesetzt wird, und dieser kalten Vorsecheidung folgt dann eine heiße Nachscheidung mit etwa 1% Kalk. Die Wirkung dieses Verfahrens, soweit es überhaupt als neu anerkannt werden kann, wird von W e i s b e r g, M i n z<sup>30)</sup> und anderen russischen Chemikern bestritten.

G r e d i n g e r<sup>31)</sup> und B ä c k<sup>32)</sup> empfehlen, die geschiedenen Säfte bereits in der ersten Saturation bis auf 0,03—0,05% Kalk auszusaturieren. S t e f f e n s<sup>33)</sup> hält das Einleiten von Luft in den geschiedenen Saft vor dem Einleiten der Kohlensäure für vorteilhaft.

Gegenüber der gewöhnlich bei der Verdampfung auftretenden Abnahme der Alkalität der Säfte infolge chemischer Umsetzungen beobachtet man zuweilen auch eine Zunahme der Alkalität, aber nur, wie W e i s b e r g<sup>34)</sup> nachweist, bei sehr stark aussaturierten Dünnsäften, welche doppeltkohlensäure Alkalien enthalten, die beim Eindampfen in einfach kohlensäure Salze übergehen.

Bei den modern eingerichteten V e r d a m p f -

s t a t i o n e n werden große Mengen Brügendampf den ersten Körpern des Vielkörperapparats zum Anwärmen und Verkochen entnommen und es bleiben nur geringe Mengen Dampf für die letzten Körper und für die Kondensation übrig. Es sind daher neuerdings Vorschläge gemacht, besonders von G r e i n e r und H e i n t z e<sup>35)</sup>, die Entnahme des Dampfes für das Anwärmen und Verkochen derart anzuordnen, daß überhaupt kein Dampf mehr für die Kondensation übrig bleibt; zu diesem Zwecke muß der Vielkörperapparat mit höheren Temperaturen betrieben werden, so daß selbst der letzte Körper noch Temperaturen von annähernd 100° hat. Notwendig ist für solche Anlage, daß der Maschinenabdruck auf 1,5—2 Atm. Überdruck gespannt werden kann, daß also die Maschinen entsprechend umgeändert, und die Zylinder vergrößert werden oder der Kesseldruck erhöht wird. Die bisher mit Vorteil verwendeten Saftkocher würden dann fortfallen.

Für Verdampfapparate mit höherem Druck, also besonders für die Saftkocher, empfiehlt G r o p p<sup>36)</sup> den Apparat von K e s t n e r. Dieser enthält bekanntlich etwa 7 m lange Heizrohre, in denen der Saft infolge der starken Strömung des entwickelten Dampfes emporsteigt (emporklettert, wie der Erfinder sagt). Da der Apparat fast gar keinen Saftstrom hat, und der Saft bei dem ziemlich schnellen Durchgang durch die Rohre wesentlich eingedickt wird, so erscheint dieser Apparat tatsächlich recht geeignet, um die dünnen Säfte auch bei recht hohen Temperaturen einzudampfen, also besonders zu Saftkochen (G r o p p hat Temperaturen von 120—130° angegeben), ohne daß Zucker zerstört wird, oder daß die Säfte sich dunkler färben, wie das der Fall sein würde, wenn die Säfte in den gewöhnlichen Apparaten mit größerem Saftinhalt, also längerem Aufenthalt des Saftes bei den höheren Temperaturen verdampft werden.

L a n g e n<sup>37)</sup> hat Verdampfversuche mit Raffinadeklären in einem Kochapparat ausgeführt und verhältnismäßig hohe Wärmeübertragungskoeffizienten gefunden, 29—30 WE. (auf 1 qm, 1 Minute und 1° Temp.-Unterschied) bei Beginn des Kochens, 16—19 zum Schluß.

P r a c h e und B o u i l l o n<sup>38)</sup>, welche mit ihren Hochdruckventilatoren zur Kompression der Brüden der Verdampfungsapparate und zu deren Wiederbenutzung als Heizdämpfe keinen praktischen Erfolg gehabt haben, empfehlen jetzt Apparate zur Kompression, welche sie Thermo-Compresseurs nennen; es sind dies die gewöhnlichen Dampfstrahlapparate, welche bereits vor langen Jahren von K ö r t i n g angewandt wurden und in einigen deutschen Zuckerfabriken in Gebrauch sind. Etwas Neues bietet der Vorschlag, abgesehen vom Namen, nicht.

Für die Krystallisation des Zuckers aus unreinen Lösungen sind Versuche von L e b e d e f f<sup>39)</sup> von Bedeutung, in denen er den Einfluß von Betain, glutaminsaurem Kalium und

<sup>26)</sup> Z. Zuckerind. 1907, 206.

<sup>27)</sup> Z. Zuckerind. 1907, 931.

<sup>28)</sup> Z. Zuckerind. 1906, 629 und 1907, 1088.

<sup>29)</sup> D. Zuckerind. 1908, 108.

<sup>30)</sup> J. d. Fabr. d. suisse 1908, 24.

<sup>31)</sup> D. Zuckerind. 1907, 238.

<sup>32)</sup> Böhm. Z. Zuckerind. 1906, 119.

<sup>33)</sup> Sucr. ind. 1908, 214.

<sup>34)</sup> Bll. Ass. chim. franç. 1907, 1507.

<sup>35)</sup> Zentralbl. Zuckerind. 1909.

<sup>36)</sup> D. Zuckerind. 1907, 130.

<sup>37)</sup> Z. Zuckerind. 1908, 441.

<sup>38)</sup> Sucr. ind. 1908, 423.

<sup>39)</sup> Z. Zuckerind. 1908, 599.

Natrium und essigsäurem Kalium und Natrium auf die Löslichkeit des Zuckers bei verschiedenen Temperaturen untersuchte. Dieser Einfluß ist sehr verschieden, die Erhöhung der Löslichkeit des Zuckers wächst aber im allgemeinen mit der Menge des Nichtzuckerstoffes und mit der Temperatur.

Die Forschungen auf dem Gebiete der Kry stallisation haben bereits für die Praxis sehr wertvolle Resultate gezeitigt, aber tatsächlich macht man in den wenigsten Fabriken davon Gebrauch. Viele in den Handel gebrachten Rohzucker sind sowohl in Deutschland, als auch in Österreich, wie von Lippmann<sup>40)</sup> und Koydl<sup>41)</sup> mehrfach hervorgehoben haben, von außerordentlich schlechter Beschaffenheit. Hierin dürfte aber wohl nicht eher eine Änderung eintreten, als bis die Raffinerien sich zu einer Bewertung der Rohzucker nach ihrer Güte entschließen. Leider stehen dem kaufmännische Bedenken gegenüber und ferner das Fehlen einer für den Handel brauchbaren Methode zur Unterscheidung schlechten und guten Rohzuckers. Die übliche Bewertung nach dem Rendement ist für diesen Zweck unbrauchbar, denn es ist leicht, auch den für die Raffinerien schlechtesten Zucker auf ein hohes Rendement zu bringen. Daß im übrigen für die Rohzuckerfabriken die Herstellung solcher Rohzucker von hohem Rendement bei der üblichen Bezahlung der Übergrade gewinnbringender ist, als die von Rohzuckern von niedrigem Rendement, ist neuerdings wieder von Güsewell<sup>42)</sup> eingehend berechnet worden.

Die Ansichten über das Vorhandensein unbestimmbarer Polarisationsverluste sind immer noch verschieden. Eine Lösung dieser für die Betriebskontrolle außerordentlich wichtigen Frage wird vielleicht durch die neuerdings vorgeschlagene und von Schnell<sup>43)</sup> und Claassen<sup>44)</sup> bereits für den Betrieb übernommene Kontrolle der Trockensubstanz herbeigeführt werden. Beide Forscher fanden durch die von ihnen für eine ganze Kampagne aufgestellte Bilanz der eingeführten und der in Produkten und Abfallstoffen nachgewiesenen Trockensubstanz der Rüben, daß die gesamte Trockensubstanz der Rüben wiedergefunden wird. Damit ist der Beweis erbracht, daß es keine wirklichen Zuckerverluste, die der Bestimmung entgehen können, gibt, daß also, wenn die Polarisation der Rüben in den Produkten nicht wiedergefunden wird, die Verluste eben nur Polarisationsverluste sind, die auf die Unvollkommenheit der Untersuchungsmethode zurückzuführen sind. [A. 80.)

## Untersuchungen zur Holzverkohlung.

VON PETER KLASON, GUST. V. HEIDENSTAM  
UND EVERT NORLIN.

### I. Die trockene Destillation der Cellulose.

Bei der trockenen Destillation des Holzes werden, wie bekannt, außer Holzkohle noch folgende

wertvolle Nebenprodukte erhalten: Teer, Essigsäure, Holzgeist und brennbare Gase.

Von größter praktischer und theoretischer Bedeutung dürfte es sein, festzustellen, welche Bestandteile des Holzes Muttersubstanz der verschiedenen Produkte der Verkohlung sind. Weil das Holz zur Hälfte aus Cellulose besteht, mußte daher die trockene Destillation der reinen Cellulose einen Hauptteil dieser Untersuchung bilden. Das weitere Ziel war dann die Aufklärung der bei der trockenen Destillation obwaltenden thermochemischen Verhältnisse.

Es wurden folgende Rohmaterialien verwendet:

1. Cellulose als chemisch reine Baumwolle,
2. Sulfitcellulose von Kiefer (*Pinus silvestris*),
3. Sulfitcellulose von Fichte (*Picea excelsa*),
4. Cellulose von Birke (*Betula alba*), erhalten durch Kochen von Birkenholz mit Sulfitlösung,
5. Sulfitcellulose von Rotbuche (*Fagus sylvatica*) aus Schonen in Schweden, in derselben Weise dargestellt.

Die zur Verkohlung verwendete Apparatur (siehe Fig. 1.) besteht aus einer stehenden, zylindrischen Kupferretorte, die von drei konzentrischen Blechmänteln umgeben ist. Man erhitzt mit einem unten zwischen dem äußeren und dem mittleren Mantel angebrachten Gaskranzbrenner. Die heißen Gase steigen zwischen diesen Mänteln empor, treten oben durch Öffnungen des mittleren Mantels in den zweiten Raum, gehen hier nach unten, von wo sie durch Öffnungen des inneren Mantels in den Raum zwischen der Retorte und dem innersten Mantel gelangen, um schließlich durch Löcher im Dache, das an dem äußeren und inneren Mantel befestigt ist, zu entweichen. Der mittlere Mantel ist unten an einer mit drei Füßen versehenen, eisernen Platte festgeschraubt.

Im Zentrum der Retorte und auf derselben Höhe außerhalb der Retortenwand sitzen die einen Lötstellen zweier Thermoelemente, die aus Kupfer und Konstantan bestehen. Die anderen Lötstellen des Elements befinden sich in einem Thermostaten b, damit es bei konstanter Temperatur gehalten werden kann. Zu den Temperaturmessungen gehören Umschalter c und Millivoltmeter d. Mit dieser Anordnung kann die Temperatur schnell und sicher geregelt werden. Die sich entwickelnden Gase gelangen durch den am Boden der Retorte befindlichen Abzug in einen Metallkühler e, aus dem die kondensierten Dämpfe in graduiertem Meßgefäße f aufgefangen werden. Die gasförmigen Destillationsprodukte gehen von hier durch einen zweiten Metallkühler g zu einem mit Glaswolle gefüllten Rohre i, dessen unteres Ende mit einer Waschflasche verbunden ist. Die Kohlensäure, die sich in den Gasen befindet, und die zufolge ihrer Löslichkeit in Wasser sich schwierig darüber auf sammeln und messen läßt, wird in einer besonderen Einrichtung k absorbiert. Diese besteht aus einem niedrigen Kupferkasten und zwei Absorptionsflaschen und schließlich noch einem Sammler für die aus der letzten Absorptionsflasche überspritzende Flüssigkeit. Der Kupferkasten und die Flaschen sind mit Kalilauge teilweise gefüllt. Alle diese Gefäße sind auf der einen Schale einer Wage angebracht und mittels sehr weicher Gummi-

<sup>40)</sup> D. Zuckerind. 1908, 585.

<sup>41)</sup> Österr. Z. Zuckerind. 1908, 897.

<sup>42)</sup> D. Zuckerind. 1908, 53.

<sup>43)</sup> Zentralbl. Zuckerind. 1908, 521.

<sup>44)</sup> Zentralbl. Zuckerind. 1908, 1246.