

Bemerkenswert war übrigens auch das Verhalten der beiden Öle bei der Verseifung. Während reine Bergamottöle mit der alkoholischen Kalilauge völlig klare Lösungen geben, trat bei den mit Citronensäureester verfälschten infolge Abscheidung von in Alkohol schlecht löslichem citronensaurem Kali besonders zu Beginn der Verseifung eine deutlich bemerkbare Trübung ein.

Abgesehen davon, daß wir die Citronensäure direkt aus den Ölen abgeschieden hatten, wiesen wir sie auch noch durch die Kalkprobe nach, sowie nach D e n i g è s²⁾ durch Überführung in Aceton-dicarbonsäure und Abscheidung der Quecksilberdoppelverbindung dieser Säure. Hierzu dienten einerseits die Öle selbst, andererseits die Abdampfrückstände. Zu den Versuchen wurden etwa 2 g Öl oder der Abdampfrückstand von 5 g Öl mit alkoholischem Kali verseift, die Lösungen mit Wasser verdünnt, mit Salzsäure neutralisiert, der Alkohol auf dem Wasserbade entfernt und die Lösungen dann ausgeäthert und filtriert. Für die Kalkprobe macht man die Lösungen mit einer Spur Natronlauge eben alkalisch, setzt dann einige Tropfen einer konz. Chlorcalciumlösung hinzu und erwärmt, wobei sich vorhandene Citronensäure durch einen — manchmal erst nach einiger Zeit entstehenden — Niederschlag zu erkennen gibt.

Bei der Prüfung nach D e n i g è s schüttelt man 10 ccm der Lösung mit 1—1,5 g Bleisuperoxyd stark durch, gibt 2 ccm Mercurisulfatlösung³⁾ hinzu und filtriert.

5 ccm des Filtrats werden zum Sieden erhitzt, und dann unter Umschütteln tropfenweise so viel von einer 2%igen Kaliumpermanganatlösung zugesetzt, bis diese nicht mehr sofort entfärbt wird. Bei Anwesenheit von Citronensäure tritt schon nach dem ersten Tropfen ein flockiger, weißer resp. hellgelber Niederschlag auf.

Diese Reaktion ist sehr viel empfindlicher als die Kalkprobe. Bei einiger Übung kann man sogar durch Gegenproben mit Ölen von bekanntem Citronensäureestergehalt dessen ungefähre Menge in dem zu prüfenden Öl schätzungsweise feststellen. Wir ermittelten dadurch bei den in Rede stehenden Ölen ebenfalls das Vorhandensein von etwa 2% Triäthylcitrat. Man sei aber mit dem Zusatz von Kaliumpermanganatlösung äußerst vorsichtig, da sonst leicht Mangansuperoxyd abgeschieden wird, was zu Verwechslungen mit dem obigen Niederschlag (Quecksilberdoppelverbindung von Aceton-dicarbonsäure) führen kann.

Bei der Prüfung von 6 verbürgt reinen Bergamottölen ließen sich nach der D e n i g è s schen Methode in 2 von diesen Ölen ebenfalls Spuren von Citronensäure nachweisen, die beim Pressen der Öle aus dem citronensäurerichen Fruchtfleisch aufgenommen sein können, sie waren aber so gering, daß sie praktisch gar nicht in Betracht kommen. Setzt man solchen Ölen auch nur 1% Triäthylcitrat zu, so erhält man bei der D e n i g è s schen Probe einen etwa zehnmal so starken Niederschlag. Außerdem zeigten die Abdampfrückstände dieser authen-

tischen Öle niedrigere Verseifungszahlen; betragen diese über 200, so ist das betreffende Öl mindestens verdächtig.

[A. 110.]

Darstellung von Gefäßen aus Zirkonerde.

Von Dr. REINHOLD RIEKE.

(Eingeg. d. 7.3. 1910.)

Unter obigem Titel veröffentlichte R. B a y e r in dieser Z. 11, 485—488 (1910) seine Erfahrungen über Aufschlußmethoden und Verwendung von brasilianischer Zirkonerde. Der Verf. hebt als eines der Hauptresultate seiner Arbeit hervor, daß es ihm gleichermaßen gelungen sei, mit Hilfe eines Zusatzes von Zirkonhydrat und Stärkekleister aus Zirkondioxyd bzw. aus brasilianischer, mit Salzsäure gereinigter Zirkonerde Gefäße zu formen. Die so geformten Gegenstände erhalten nach B a y e r erst nach dem Brennen auf 2000° und darüber eine genügende Festigkeit.

Hierzu möchte ich bemerken, daß ich schon vor längerer Zeit ebenfalls mit einer aus Brasilien stammenden Zirkonerde von etwa derselben Zusammensetzung Versuche angestellt und seinerzeit im Sprechsaal¹⁾ veröffentlicht habe. Tiegel der verschiedensten Größe und Rohre bis zu 30 cm Länge und etwa 5 cm Durchmesser sind seitdem von uns in der chemisch-technischen Versuchsanstalt bei der Kgl. Porzellanmanufaktur zu Berlin als feuerfestes Material für äußerst hohe Temperaturen häufig verwendet worden. Wie in meiner oben zitierten Veröffentlichung mitgeteilt, lassen sich auch ohne Zirkonhydroxyd, nur mit Hilfe von Stärkekleister oder Weizenmehl in Gipsformen Gegenstände aus dem gemahlenen und mit Salzsäure gereinigten brasilianischen Rohmaterial formen. Allerdings muß man irgendwelche Vorsichtsmaßregeln treffen, um ein leichtes Loslassen der Gegenstände von der Gipsform herbeizuführen, etwa indem man die Form vorher innen mit Papier auskleidet. Bei Anwendung eines ähnlichen Verfahrens, wie es nach dem D. R. P. 201,987 von K e p p e l e r und S p a n g e n b e r g zum Gießen von Tonwaren dient, lassen sich auch aus der brasilianischen Zirkonerde glatt und bequem Tiegel der verschiedensten Größe gießen. Im übrigen besitzen sowohl aus reinem Zirkondioxyd als auch aus dem brasilianischen Material geformte Gegenstände nach dem Brennen im Porzellanofen (bei ca. 1450°) eine sehr große mechanische Festigkeit. Daß die von mir angefertigten Zirkonerdegegenstände Temperaturen von Segerkegel 41—42 (ca. 2000°) aushalten, aber allerdings während längeren Gebrauchs bei diesen extremen Temperaturen nicht nur bei direkter Berührung mit Kohle mit dieser in Reaktion treten, sondern auch elektrolytisch leitend werden (angewandte Spannung etwa 100 Volt), habe ich seinerzeit auch erwähnt.

Zum Schlusse möchte ich mir noch die Bemerkung erlauben, daß es mir schon des öfteren aufgefallen ist, daß Veröffentlichungen in Spezial-

²⁾ Bull. Soc. Ph. de Bordeaux 1898, 33. Nach Chem. Centralbl. 1898, II, 135.

³⁾ Zu bereiten aus 5 g Quecksilberoxyd, 20 ccm konz. Schwefelsäure und 100 ccm Wasser.

¹⁾ Sprechsaal 16, 214 (1908).

fachzeitschriften, wie z. B. im Sprechsaal, in weiteren chemischen Kreisen unbekannt sind und bei häufig ganz analogen Arbeiten unberücksichtigt bleiben, trotzdem sie auch in den rein chemischen Zeitschriften referiert wurden. Es wäre im Interesse eines ersprießlichen Zusammenarbeitens von Wissenschaft und Technik doch sehr wünschenswert, daß bei den an Universitäten und technischen Hochschulen unternommenen Arbeiten, Dissertationen u. dgl., die in technischen Fachzeitschriften niedergelegten Erfahrungen stets die ihnen zukommende Berücksichtigung fänden. [A. 71.]

Nachschrift der Redaktion. Der im „Sprechsaal“ veröffentlichte Aufsatz von R. Rieke ist im Chemischen Zentralblatt und infolge eines Wechsels in der Redaktion auch in unsrer Zeitschrift nicht referiert worden. Vermöge der inzwischen durchgeführten Vervollständigung unseres Referateteiles wird das in Zukunft ausgeschlossen sein. Immerhin möchten wir die Fachgenossen, die Arbeiten in Zeitschriften publizieren, die nur selten Aufsätze von Interesse für weitere Leserkreise enthalten, bitten, uns Sonderdrucke zu übersenden. Dadurch wird eine Referierung in unsrer Zeitschrift mit Sicherheit bewirkt.

Rassow.

Anmerkung zur vorstehenden Mitteilung.

Von GUSTAV KEPPELER-Hannover.

Der Verf. der vorstehenden Mitteilung hatte die Güte, mir die Korrektur zur Kenntnisnahme zuzusenden, und ich möchte im Anschluß daran hervorheben, daß die Versuche, Zirkon ohne Bindemittel nach neuem Verfahren zu gießen, im Februar oder März 1908 während meines Aufenthaltes in der K. P. M. — Berlin ausgeführt wurden und, wie ja Herr Rieke mitteilt, günstige Resultate gaben. Es liegt mir daran, dies zu bekunden, weil Herr Weber-Schwepnitz nun beabsichtigt, sich die Anwendung des Verfahrens K e p p e l e r - S p a n g e n b e r g auf unplastische Substanzen schützen zu lassen.

[A. 101.]

Zur Frage der Kontrolle der Wasserreinigung und des Kesselwassers.

Von Prof. C. BLACHER-Riga.

(Eingeg. 20.4. 1909.)

In dem Aufsatz des Herrn Dr. R i s t e n p a r t (diese Z. 23, 392ff. [1910]) heißt es, daß die von mir vor einiger Zeit in Vorschlag gebrachte Methode der Titration der Härte der Wässer durch Kaliumstearat und Phenolphthalein für eine Schnellanalyse schon deshalb zu umständlich sei, weil man das zu untersuchende Wasser ev. auf 40° Härte einkochen müsse. Ferner schlägt Dr. R. vor, die Bestimmung der Zahlen P (Phenolphthaleinalkalinität), M (Methylorangealkalinität) und H (Härte) — letzteres

durch einfache Seifenlösung — auch auf die Untersuchung des Kesselwassers auszudehnen. Was den ersten Punkt anbetrifft, so ist für die Schnellanalyse ein an und für sich wenig Zeit im Anspruch nehmendes Einengen nicht erforderlich. Diese Annahme beruht auf einem Irrtum. Die Untersuchung des Kesselwassers auf die von Dr. R. vorgeschlagene Art habe ich jedoch schon im Jahre 1902 (veröffentlicht in der von Dr. R. zitierten Arbeit aus der Rigaschen Industrieztg.) in Angriff genommen und bin dabei zur Überzeugung gekommen, daß die Seifensaumreaktion bei Kesselwässern in Gegenwart von viel Humaten vollständig unscharf wird, die Zahl M wegen des Auseinandergehens der beiden Neutralpunkte der Indicatoren (diese Z. 22, 967ff. [1909]) korrigiert und für die Härtebestimmung der Phenolphthaleinneutralpunkt eingestellt werden muß. Jetzt arbeite ich so, daß ich für die Bestimmung der M-Zahl die Titration bis zur deutlichen Rotfärbung fortsetze und nach dem Verdrängen der Kohlensäure mit 0,1-n. Bariumhydrat bis zum Phenolphthaleinrosa zurücktitriere. Da das Barium durch die im Kesselwasser fast stets anwesenden Sulfate sofort gefällt wird, ist nach Entfärbung durch 1 Tropfen 0,1-n. Salzsäure zugleich der Neutralpunkt zur Titration mit Kaliumstearat eingestellt. Die Lauge bestimme ich im Kesselwasser nach Zugebung von festem Bariumchlorid durch Salzsäure und Phenolphthalein.

[A. 84.]

Zu dem Artikel: „Motorlastwagen im Dienste der chemischen Industrie.“

Von Dipl.-Ing. ROSENOW.

(Eingeg. 11.3. 1910.)

In seinen Ausführungen: „Motorlastwagen in der chemischen Industrie“ (S. 396), berücksichtigt Th. Wolff nach meiner Ansicht etwas einseitig die ganz großen Lastautos, die sich gewiß nur in verhältnismäßig wenigen Betrieben rentieren. Außerdem kommt es mir vor, als wenn die Motorwagen etwas stiefmütterlich behandelt werden, und an ihre Leistungen ein schärferer Maßstab angelegt worden ist, als an den konkurrierenden Pferdebetrieb. Denn einem Pferde bis zu 60 Zentnern und das Wagengewicht zuzumuten, dürfte für den Dauerbetrieb auf Durchschnittsstraßen etwas hoch ge格iffen sein, selbst wenn man voraussetzt, daß nach einiger Zeit eine Erleichterung durch das Abladen von Liefergütern stattfindet. Doch das nur nebenbei: ich bin im übrigen ebenfalls der Ansicht, daß ein Lastwagen dieses schwersten Typs nur nach reiflicher Überlegung beschafft werden sollte. Man sollte jedenfalls erwägen, ob man nicht mit einem der jetzt viel gebauten kleineren, etwa 20 Zentner-Wagen ebenso weit oder weiter kommt. Ihrem Minus an Tragfähigkeit steht die weit größere Schnelligkeit, die das Doppelte bis Dreifache betragen kann, der geringere Anschaffungspreis, sowie die kleineren Betriebs- und Unterhaltungskosten als gewichtiges Plus gegenüber. Sache der Kalkulation ist es, abzuwägen, ob Plus oder Minus größer ist: ich bin überzeugt, daß die Berechnung häufig