

saurem Kalk leicht aufschließbar ist. (D.R.P. 155,108, 1902.) Die Kalkverseifung wurde in alter Zeit in offenen Gefäßen bei gewöhnlichem Druck ausgeführt, indem man die Fette, vornehmlich talgartige, mit Kalkmilch unter fortwährendem Röhren 8 bis 15 Stunden kochte. Es wurde eine sehr harte, krümelige Masse (Kalkseife) und ein so dünnes Glyzerinwasser erzielt, daß es kaum auf die Beaumé-Spindel wirkte. Diese alte, umständliche Kalkverseifung ist dann von der Fettspaltung in Autoklaven abgelöst worden, weil durch diese der große Schwefelsäureverbrauch auf ein Viertel reduziert werden konnte.

Auch die Umsetzung der Kalkseife mit Soda ist schon vor Krebitz versucht worden. Im Jahre 1873 ist von Tardoni ein englisches Patent angemeldet worden, das die Verseifung von Neutralfetten mit Ätzkalk und die Umsetzung der Kalkseife durch Kochen mit kohlensaurem Natron zum Gegenstand hatte. Auch Maurice Duclos hat sich mit der Ausführung dieses Gedankens befaßt. Die technische Verwertung scheint damals aber auf unüberwindliche Schwierigkeiten gestoßen zu sein und wurde fallen gelassen.

Unabhängig und wahrscheinlich in Unkenntnis dieser Vorversuche kam P. Krebitz, München zu Anfang dieses Jahrhunderts auf die gleiche Idee und baute sie zu einem betriebsfähigem Verfahren aus. Die Hauptschwierigkeit bestand in der gleichmäßigen Herstellung einer leicht aufschließbaren Kalkseife. Diese gelang Krebitz durch Verseifung der Fette mit starker Kalkmilch in Emulsion, ohne längeres Kochen und Röhren, durch gründliches Vermengen des geschmolzenen Fettes mit einem geringen Überschuß an Kalkmilch und Erwärmen auf 90—100° C. Die Verseifung setzt ohne weitere Wärmezufuhr in zugedeckten, beliebig großen Bassins von selbst ein und verläuft quantitativ. Die erzielte Kalkseife stellt eine lockere, poröse, leicht zerreibbare Masse dar, die das Glyzerin in ziemlich konzentrierter Form aufgesaugt enthält. Durch geeignete selbsttätige Bagger wird in den größeren Betrieben diese Kalkseife auf die Mühlen gebracht, zu Grieß gemahlen und in leicht konische, eiserne hohe Türme geworfen, wo sie durch automatische Bedusung mit schwachem Glyzerinwasser oder heißem Wasser ausgelautet „entglyceriniert“ wird. Je nach Art des versiften Fettes wird ein 12—20%iges Glyzerinwasser gewonnen, welches wenig Kalkseife niederer Fettsäuren und etwas freien Ätzkalk gelöst enthält. Nach Ausfällung des Kalzes und der Kalkverbindungen und dem Konzentrieren des Glyzerinwassers resultiert ein erstklassiges Rohglyzerin, das nahezu aschefrei ist. Die von Glyzerin befreite Kalkseife wird durch Transportschnecken mit eingeschalteten Transportschaufeln zu den Seifenkesseln befördert, dort in eine berechnete Menge konzentrierter Sodalösung gleichmäßig eingestreut, und dadurch in Natronseife und kohlensaurem Kalk umgesetzt. Der beim Aussalzen in die Unterlauge gehende kohlensaure Kalk reißt mechanisch eine gewisse Menge Kernseife mit, weshalb er nach Abzug der Unterlauge zur Lösung des mitgerissenen Seifenkerns mit Wasser aufgeschlämmt werden muß. Der aufgeschlämmt kohlensaure Kalk wird in der Filterpresse von der Seifenlösung befreit und mit heißem Wasser vollkommen ausgelautet. Die seifenfreien Kalkkuchen fallen fast trocken aus der Filterpresse und können, von den letzten Resten Wassers befreit, im Schachtofen gebrannt und wieder in den Kreislauf der Verseifung zurückgeleitet werden.

Das Krebitz-Verfahren scheint ursprünglich den kleinen Betrieben zugesetzt gewesen zu sein. Im Laufe der Jahre wurde es jedoch mehr von den Großbetrieben übernommen und in maschineller Hinsicht entwickelt, so daß eine solche Anlage einer Kunstmühle ähnelt, wobei die Handarbeit fast ganz ausgeschaltet worden ist. Seit dieser Zeit wird über das Verfahren auch weniger berichtet, und es ist schwer, von den danach arbeitenden Großbetrieben über Verbesserungen Auskunft zu erhalten. Ein besonderer Vorteil dieser Methode ist ferner noch der, daß Fettsäuren dabei überhaupt nicht resultieren und daß deshalb jedes Nachdunkeln der Seifen vollständig ausgeschlossen ist. Nach persönlicher Mitteilung des Erfinders wird es von seiten einiger weniger orientierten Seifenfabrikanten als ein Nachteil angesehen, daß das Verfahren eine genaue chemische Betriebskontrolle erfordert. Ich überlasse dieses zur Beurteilung den anwesenden Kollegen, ob das als Nachteil angesehen werden kann.

Welches Verfahren heute am meisten gebraucht wird, läßt sich nicht genau sagen, jedenfalls wird der größte Teil der Abfallfettsäuren, die ja heute teilweise für die Seifenfabrikation zur Verfügung stehen, soweit als möglich direkt mit Karbonat und ihr Gehalt an neutralem Fett mit kaustischer Lauge verseift. Die Unterlauen werden an die Glyzerinfabriken verkauft oder aber von den Fabriken selbst behandelt und eingedickt.

Es folgte eine sehr angeregte Diskussion, an der sich die Herren Prof. Paal, Prof. Rassow, Dr. von Bosse, Dr. Thieme u. a. beteiligten.

Prof. Paal erörterte die Frage, ob das Twitschell reaktiv, die Naphthalinoxystearinsulfosäure, eine chemische Verbindung oder nur ein Gemisch wäre. Diese Frage konnte gegenwärtig nicht entschieden werden, da darüber in der Literatur nichts mitgeteilt ist.

Die Frage der verschiedenen Fettspaltungsmethoden wurde von Dr. v. Bosse und von anderer Seite eingehend besprochen. Besonders wurde auf die Vorteile der Spaltung im Autoklaven hingewiesen; wenn die Klippen dieses Verfahrens gut bekannt sind, so ist es eines der empfehlenswertesten, da es am schnellsten und glattesten zum Ziele führt.

Dr. v. Bosse und Dr. Thieme wiesen auf die gesundheitsschädliche Wirkung bei der Arbeit mit dem Rizinussamenextrakt hin, die

wohl den hauptsächlichsten Grund der Nichtanwendung dieses Verfahrens bilde.

Dr. v. Bosse sprach über die praktische Anwendung des Krebitz-Verfahrens und betonte die großen Vorteile desselben. [A. 237.]

## Gläserner Autoklav.

Nach Dr. SCHMIDT (Chem. Universitätslaboratorium Heidelberg).

Der ganz aus Glas gefertigte Autoklav wurde für Arbeiten unter mäßigen Drucken und Reaktionen, bei denen eine sehr bedeutende Gasentwicklung die Verwendung von Einschlußröhren nicht gestattete, hergestellt und dann weiter für andere Zwecke (Einleiten von Gasen unter Druck) ausgebaut. Er eignet sich überall da, wo größere Mengen, als in einem Einschlußrohr untergebracht werden können, unter Druck reagieren sollen und leistet durch ein verstellbares Ventil Schutz gegen Zertrümmerung des Gefäßes, wenn das Ventil mit Paraffinöl, nicht aber mit einem zähen Fett, gedichtet wird. Ganz besonders praktisch erwies sich der Apparat auch für Spaltungen mit konzentrierter Salzsäure, die erst bei hohen Temperaturen eintreten.

Es wurde sorgfältig jede Metallverbindung vermieden, wodurch die Substanzen verunreinigt oder unter Umständen, wie bei Stickstoffwasserstoff, Explosion ausgelöst werden könnte. Der Apparat kann bis zu 4 Atm. Überdruck belastet werden; bei engerer Wahl des Halses und des Ventilquerschnittes können leicht erheblich höhere Drucke erreicht werden.

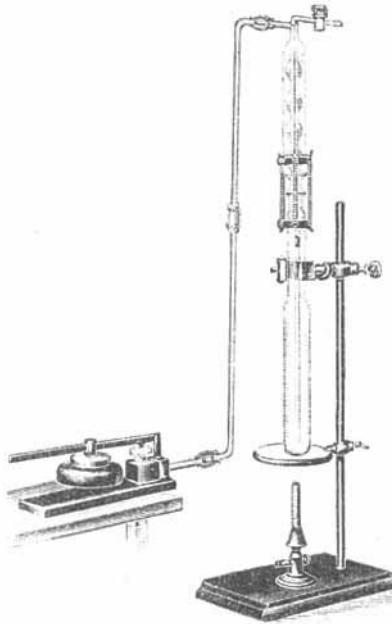
Die Heizung geschieht mittels eines Paraffinölbades oder mit Hilfe eines Dampfmantels durch überhitzten Wasserdampf.

Zur Durchführung zahlreicher Reaktionen, bei welchen sich der gewünschte Druck nicht von selbst einstellt, ist es nötig, ihn mit Hilfe einer Kohlensäure- oder Stickstoffbombe mit Drosselventil einzustellen und aufrechtzuerhalten. Die jeweils erforderliche Ventilbefestigung, bei der ständig schwaches Abblasen stattfindet, wird durch Ausprobieren leicht gefunden.

Der Apparat ist mit zwei Kühlern ausgestattet, deren einer entweder bei niedrig siedenden Flüssigkeiten oder für solche Reaktionen zu verwenden ist, bei denen sich infolge von Gasentwicklung von selbst der erforderliche Druck bildet; der andere, mit Gaseinleitungsrohr versehene Kühler dient allen übrigen Zwecken.

Der Hahnstopfen im Gaszuleitungsrohr muß ständig durch eine Feder gesichert sein, da er sonst möglicherweise durch den Druck herausgehoben werden kann.

Alleinige Herstellung und Vertrieb erfolgt durch die Firma L. Hornuth, Inh. W. Vetter, Heidelberg. [A. 6.]



## Personal- und Hochschulnachrichten.

Ehrungen: Dem Großindustriellen A. Calmon, Begründer und Generaldirektor der Asbest- und Gummiwerke Alfred Calmon A.-G., Hamburg, ist von der Technischen Hochschule in Breslau die Würde eines Dr.-Ing. e. h. verliehen worden. — Prof. Dr. Ed. O. von Lippmann wurde vom Naturwissenschaftlichen Verein für Sachsen u. Thüringen zum Ehrenmitgliede ernannt.

Es wurden gewählt: Prof. Dr. H. H. Meyer, Wien, zum korrespondierenden Mitglied der physikalisch-mathematischen Klasse der Preußischen Akademie der Wissenschaften; Physiker Exz. Prof. Dr. Röntgen, München, korrespondierendes Mitglied der physikalisch-mathematischen Klasse der Preußischen Akademie der Wissenschaften, zum auswärtigen Mitglied derselben Klasse.

Lehraufträge erhielten: Prof. Dr. W. Westphal für Experimentalphysik für Pharmazeuten und Studierende der Zahnheilkunde und Privatdozent Dr. G. Hertz für Ionenlehre und Elektronentheorie in der Berliner philosophischen Fakultät. — Prof. Dr. K. Freudenberg, bisher Privatdozent an der Universität Kiel, hat sich an der Münchener Universität für Chemie habilitiert.

Es wurden ernannt (berufen): Prof. Dr. H. Fühner in Königsberg i. Pr. auf den Leipziger Lehrstuhl der Pharmakologie an Stelle des zurücktretenden Prof. R. Boehm; G. Gueß, Prof. der Metallurgie an der Universität Toronto, Canada, zum Leiter der Abteilung in Toronto des Institute of Mining and Metallurgy; J. C. Irvine, Prof. der Chemie an der Universität St. Andrews, zum Rektor dieser Universität;