

## Zur Kenntnis der Hydrolyse der Stärke, der Cellulose und des Torfs durch Salzsäure.

Von Prof. P. P. BUDNIKOFF und A. I. SWORYKIN.

Mitteilung aus dem Laboratorium für anorg.-chemische Technologie des Polytechnischen Instituts zu Iwanowo-Wosnessensk.

(Eingeg. 12./9. 1922.)

Fast jede Säure vermag, wie bekannt, Stärke zu hydrolysieren, doch eignen sich am besten dazu verdünnte Mineralsäuren; ihre hydrolytische Fähigkeit sowohl als auch ihre Fähigkeit, Zucker zu invertieren, ist ihrer chemischen Energie proportional, der auch ihre elektrische Leitfähigkeit entspricht<sup>1)</sup>. Wenn man die hydrolytische Fähigkeit 1 Äquivalent Salzsäure = 100 setzt, so ist die hydrolytische Fähigkeit für 1 Äquivalent Schwefelsäure = 73, für Salpetersäure = 100, für Milchsäure = 1 usw.

In der Fabrikpraxis bevorzugt man die Anwendung der Schwefelsäure, da sie sich nach Beendigung der Verzuckerung durch Neutralisation mit Kreide leicht entfernen läßt und als Gips ausgeschieden wird. Zu verschiedenen Zeiten wurden als Ersatz der Schwefelsäure andere Säuren für die Hydrolyse vorgeschlagen. So empfahl A. Seyberlich<sup>2)</sup> die Salpetersäure, die man mittels schwefliger Säure reduziert, worauf man die Schwefelsäure durch Kreide aus der Lösung entfernt. A. Berger<sup>3)</sup> empfahl die schweflige Säure; F. Malinski<sup>4)</sup> die Fluorwasserstoffsäure, welche nach der Reaktion restlos durch Calciumcarbonat ausgeschieden wird. Die Konzentration der Lösungen zeigt in diesem Falle keinen Einfluß auf die Reaktion, so daß man infolgedessen sogar Produkte mit geringem Stärkegehalt verwenden kann; auch erhält man nach der ersten Filtration einen farblosen Sirup. Endmann<sup>5)</sup> hat vorgeschlagen, mittels Orthophosphorsäure die Stärke in Dextrose zu verwandeln; die Säure kann als Kalksalz entfernt werden. Krötke hat zur Verkürzung der Siededauer vorgeschlagen, statt Schwefelsäure allein, ein Gemisch derselben mit Salpetersäure zu verwenden.

Wie schon erwähnt wurde, bevorzugt man in der Praxis die Anwendung der Schwefelsäure, besonders aber dort, wo man festen Zucker zu erhalten wünscht. Für die Herstellung von Sirup (Melasse) dagegen verwendet man häufig mit Erfolg Salzsäure, die man nachher mit Soda neutralisiert. In diesem Falle fügt man zu 100 Teilen trockener Stärke 200 Teile Wasser und 0,75 Teile konzentrierter Salzsäure (22° Bé) hinzu und erhitzt in einem Kupferkessel eine halbe Stunde lang bei 2–2½ Atm. Druck. Diese Methode verzuckert ungefähr 50% Stärke. Die erhaltene Lösung neutralisiert man mit Soda, wobei ungefähr ½% derselben als Chlornatrium zurückbleibt, darauf filtriert man durch Knochenkohle, dampft zu Sirup ein, filtriert noch einmal durch Knochenkohle und kocht im Vakuum auf 40–42° Bé ein.

Für die Verzuckerung zieht man der Schwefelsäure die Salzsäure vor, da man infolge ihrer größeren elektrolytischen Dissoziation dasselbe Resultat mit der halben Menge der benötigten Schwefelsäure erreichen kann. Der Nachteil dieser Methode dagegen besteht darin, daß man nach der Verzuckerung die Salzsäure mit Soda als Chlornatrium ausscheiden muß.

In unserer Arbeit haben wir uns die Aufgabe gestellt, die Salzsäure, unter Vermeidung der Neutralisation mit Soda, bei Anwendung der Elektrolyse aus der Glucoselösung zu entfernen, ferner die Möglichkeit der Verwertung des Chlors, das bei der Elektrolyse entsteht, zu klären. Zur Lösung der gestellten Aufgabe verwerteten wir den Umstand, daß Salzsäure ein guter Elektrolyt ist, während Glucoselösung eine neue Substanz darstellt, und wir unterwarfen ein Gemisch von Salzsäure und Glucose der Elektrolyse.

Versuche, Silberelektroden zu verwenden, um das Chlor als Chlorsilber an der Elektrode auszuscheiden — nach der Elektrolyse wurde der umgekehrte Strom durchgelassen, um die Elektrode zu reduzieren —, führten zu keinen positiven Resultaten, da die Elektroden sich rasch aufbrauchten, und der Säuregehalt nur um 40–45% sank. Um den Chlorsilberniederschlag an der Elektrode festzuhalten, haben wir sie mit Pergamentpapier und verschiedenen Geweben umwickelt, doch haben diese Versuche nicht genügend gute Resultate gegeben. Bei Verwendung einer Silber-, einer Kohlenelektrode sank der Säuregehalt im Mittel nur um 33,1%. Bei Verwendung zweier Kohlenelektroden war die Herabsetzung des Säuregehalts noch unbedeutender — 8,6 bis 11,40%. Außerdem wurden die Kohlenelektroden teilweise zerstört. Zum Vergleiche führen wir eine Tabelle der Herabsetzung des

Prozentgehaltes der Säure an bei Verwendung verschiedener Elektroden unter sonst gleichen Versuchsbedingungen:

Nr.	Elektrode	% der Herabsetzung des Säuregehaltes
1	Silber . . . . .	40–45
2	Silber und Kohle . . . . .	33,1
3	Kohle . . . . .	8,6–11,4
4	Platin . . . . .	64,43

Bei Verwendung von Kohlenelektroden in einem porösen Gefäße gelang es, im Mittel eine Herabsetzung des Säuregehaltes bis 22,38% zu erzielen.

Positive Resultate erhielten wir bei Anwendung von porösen Gefäßen und Platinelektroden. In diesem Falle gelang es uns, 98,74% Salzsäure auszuscheiden. Die Versuche wurden folgendermaßen durchgeführt. Das äußere Glasgefäß wurde mit der zu elektrolysierenden Flüssigkeit — chemisch reiner Glucose und Salzsäure — gefüllt, und die Kathode eingeführt, das innere poröse Anodengefäß füllten wir mit mit Salzsäure angesäuertem Wasser. Der quantitative Glucosegehalt vor und nach der Elektrolyse wurde nach der Kupferzahl bestimmt, die Salzsäurekonzentration mit Normalkalilauge ausstitriert. Die Dauer der Elektrolyse und die Stromstärke wurde so festgelegt, daß die Menge des an der Kathode ausgeschiedenen Wasserstoffs äquivalent war der zur Elektrolyse verwendeten Salzsäuremenge. Der Erfolg der Arbeit selbst hängt, wie unsere Versuche gezeigt haben, ausschließlich von der Eigenschaft des porösen Gefäßes ab. Bei allzu porösem Gefäße gelingt die Chlorwasserstoff-Ausscheidung aus der Glucoselösung nur in geringem Maße, da die Salzsäure ins Anodengefäß diffundiert<sup>6)</sup>. In einigen Fällen erhielten wir niedrige Ziffern, im besten Falle gelang es 98,74% Chlorwasserstoff auszuscheiden.

Die Glucose blieb bei der Elektrolyse unverändert, — Farbe, Geschmack und reduzierende Fähigkeit für Fehlingsche Lösung blieb gleich. Diffusion der Glucose ins Anodengefäß wurde in ganz nichtigem Ausmaße beobachtet: nach einigen Stunden Elektrolyse konnten wir in der Anodenflüssigkeit bloß Spuren Glucose nachweisen.

Das bei der Elektrolyse ausgeschiedene Chlor kann man voll ausnützen.

Die von uns angestellten Versuche zeigen, daß man Salzsäure mit Erfolg zur Hydrolyse der Stärke verwenden und sie durch Elektrolyse entfernen kann. Bei Anwendung dieser Methode in der Technik könnten wir eine reinere Melasse erzielen ohne Neutralisation mit Kreide oder Kalk und unter Vermeidung der häufigen Filtration.

Versuche, zerkleinerten, lufttrockenen Torf mit verdünnter Salzsäure zu verzuckern und die letztere durch Elektrolyse auszuscheiden, haben ebenfalls zu positiven Ergebnissen geführt. Die besten Erfolge erhielten wir bei Einwirkung auf lufttrockenen, wenig zersetzten Torf Carex limosa und Sphagnum medium von ½ n.-Salzsäure in Verdünnung 1:10–1:15 mit oder ohne Umrühren, aber mit Rückflußkühler bei Siedetemperatur der Flüssigkeit. Der Grad der Verzuckerung beträgt im besten Falle 33,2–34,7%. Bei analogen Versuchen A. Mosers<sup>7)</sup>, die gleichen Torfarten durch Salzsäure zu saccharifizieren, ergibt die Zuckerausbeute 34,1% (Sphagnum medium) und 34,3% (Carex limosa). Die Dauer der Verzuckerung beträgt 4–5 Stunden.

Um eine Lösung mit größerem Zuckergehalt zu erreichen, ohne zur Eindampfung Zuflucht zu nehmen, verfahren wir folgendermaßen. Die zweite Torf- oder Celluloseportion wurde wie die erste mit Salzsäure behandelt, aber dann nicht mit Wasser, sondern mit der abfiltrierten Glucoselösung der ersten Portion verdünnt. Auf diese Weise stieg die Glucosekonzentration im selben Volumen Wasser ohne jegliches Eindampfen. Mit den folgenden (3., 4., 5. usw.) Portionen Torf verfahren wir genau so wie mit der zweiten, und so stieg der Glucosegehalt allmählich bei gleichbleibendem Flüssigkeitsvolumen. Nach jeder Verzuckerung wurde die Lösung abfiltriert, und darin der Zucker-(Monosaccharide-) Gehalt nach der Methode von Fehling-Bertrand bestimmt.

Zur Trennung der Salzsäure von der erhaltenen Glucoselösung verwendeten wir ebenfalls die Elektrolyse, welche positive Resultate gab.

[A. 224.]

## Über Entstaubungsanlagen.

Von F. HOYER, Cöthen.

(Eingeg. 10./8. 1922.)

Da Staub einer der gefährlichsten Feinde der menschlichen Gesundheit ist, so macht sich eine möglichst restlose Entfernung aus den Fabrikräumen nötig. Der Grad der Gefährlichkeit des Staubes

<sup>1)</sup> P. P. Budnikoff u. P. W. Solotareff, Die Verzuckerung der Cellulose. Berichte des Polytechnikums zu Iwanowo-Wosnessensk 4, 119 [1921].

<sup>2)</sup> Arbeiten der Torfakademie in Moskau. 1, 49 [1921].

<sup>3)</sup> Siehe die Untersuch.: Allin, Journ. f. prakt. Chemie II, 22, 94; Wohl, Berichte d. deutsch. chem. Ges. 23, 2103; Soxhlet, Ztschr. f. Spiritusind. 1884, 669; Ostwald, Journ. f. prakt. Chemie 29, 385.

<sup>4)</sup> Seyberlich, Ztschr. d. Ver. f. deutsche Zuckerind. 1889, 84.

<sup>5)</sup> D. R. P. Nr. 47572.

<sup>6)</sup> D. R. P. Nr. 103593; Jahrb. chem. Techn. 1889, 725.

<sup>7)</sup> Wagners Jahresber. 1883, 672.

ist von seiner Beschaffenheit abhängig. Die in der Luft fein verteilten Staubeilchen reizen die Schleimhäute der Atmungsorgane oder geben Anlaß zu gefährlichen und folgenschweren Explosionen. In vielen Fällen ist es unbedingt nötig, diese sonst verlorengehenden Abfälle zu sammeln.

Die Entstaubung ist nun grundsätzlich auf zwei Wegen zu erreichen: einmal durch Fliehkraftabscheider (Entstaubungsapparate ohne Filter, sogenannte Zykclone) und das andere Mal durch Apparate mit Filter. Letztere Art zerfällt wieder in zwei Hauptgruppen, und zwar in Apparate für Saugluft und solche für Druckluft.

Die Fliehkraftabscheider eignen sich besonders da, wo es sich darum handelt, gröbere Verunreinigungen abzuscheiden, also z. B. groben Staub, Schalen, Sägespäne usw. Durch diese Apparate wird eine besondere Staubkammer überflüssig. Ihre Wirkungsweise ist kurz folgende: Die eingblasene stauberfüllte Luft tritt durch eine rechteckige Öffnung des spiralförmigen Oberteiles ein und gerät im Inneren des Apparates in kreisende Bewegung. Hierbei werden die von der Luft getragenen Staubeile usw. durch die Fliehkraft an die Innenwandungen des Abscheiders gepreßt, wodurch sie ihre lebendige Kraft verlieren und auf spiralförmigem Wege der Austrittsöffnung zugleiten. Durch die Erweiterung des Abscheiders beim Übergang von der Eintrittsöffnung tritt eine Abnahme der Luftgeschwindigkeit ein, wodurch die Abscheidung noch begünstigt wird. Die entstaubte Luft steigt empor und entweicht durch die Öffnung in der Mitte des Oberteiles. Bei guter Durchbildung des Apparates erfährt der eintretende Luftstrom keinen schädlichen Widerstand, wodurch Kraftvergeudung vermieden und der Wirkungsgrad der Anlage erhöht wird. Die Abmessungen dieser Fliehkraftabscheider richten sich nach den Leistungen des Luftförderers und nach der Art des zu saugenden Staubes, der grob oder fein, leicht oder schwer sein kann, wenn er sich überhaupt durch die Fliehkraftabscheider der Luft entziehen läßt.

Den Schlauchfiltern liegt ein sehr einfaches Prinzip zugrunde, das darin besteht, daß man die stauberfüllte Luft in das Innere zylindrisch geformter, aus luftdurchlässigem Stoff bestehender Schläuche leitet und sie durch Druck- oder Saugwirkung zwingt, die Poren dieser Schläuche zu durchdringen. Da die in der Luft fein verteilten Staubeilchen nicht durch die Poren hindurchzudringen vermögen, setzen sie sich an den inneren Wandungen der Schläuche ab. Im Laufe der Zeit würde diese Ablagerung jedoch so dicht werden, daß die Poren vollständig zugesetzt sind und auch die Luft nicht mehr hindurchdringen kann. Und um die Filtrierfähigkeit der Schläuche dauernd zu erhalten, müssen sie von Zeit zu Zeit durch Abklopfvorrichtungen gereinigt werden, was von Hand oder automatisch erfolgen kann.

Nach der Art der Hindurchführung der Luft durch diese Filtrierschläuche unterscheidet man Saugschlauchfilter und Druckschlauchfilter.

Die Saugschlauchfilter kommen für solche Anlagen in Frage, bei denen vollkommen staubfreies Arbeiten unumgänglich nötig ist. Sie bestehen aus einem schrankartigen Gehäuse aus Holz oder aus Eisenblech oder aus runden Zylindern aus Eisenblech. Die schrankartigen Bauarten zerfallen immer in mehrere Abteilungen. Diese einzelnen Abteilungen oder Gehäuse besitzen je eine Gruppe von 1–8 Stück Filterschläuchen, welche unten offen und am Boden des Gehäuses befestigt sind, während sie oben durch einen Deckel verschlossen und an Hebeln aufgehängt werden.

Die Wirkungsweise der Saugschlauchfilter ist folgende: Die Staubluft tritt in einen Verteilungskanal und tritt nach Passieren eines konischen Rumpfes aus diesem von unten her in den Apparat ein, der konische Rumpf dient zugleich als Fangraum für den abgeklopften Staub. Durch einen oberen Rohrstutzen steht der Apparat mit der Saugleitung eines Exhaustors in Verbindung, der die Luft aus dem Filtergehäuse absaugt. Infolgedessen wird ein starker Strom stauberfüllter Luft von den verschiedenen durch eine Rohrleitung angeschlossenen Staubquellen angesaugt. Die von unten in das Innere der Filterschläuche einströmende Staubluft wird durch die Einwirkung des Exhaustors durch die Poren der Schläuche hindurchgesaugt, wobei der Staub von den Gewebefasern zurückgehalten wird und sich an den inneren Filterflächen absetzt. Die durchgesaugte und filtrierte reine Luft wird vom Exhaustor ins Freie geblasen oder zur Ausnutzung der in ihr enthaltenen Wärme in die Räume zurückgeleitet. Wollte man eine Reinigung der Schläuche in gewissen Zeitabschnitten unterlassen, so würde die Filtrierfähigkeit nur von kurzer Dauer sein.

Die Schläuche sind, wie schon erwähnt, mit ihren oberen durch Deckel verschlossenen Enden gruppenweise an Hebeln, und zwar in jeder Abteilung eine Gruppe, aufgehängt. Diese Hebel werden von Zeit zu Zeit mittels automatisch einrückender Daumen um ein gewisses Maß sanft gesenkt, um dann plötzlich in ihre alte Lage zurückzukehren. Dieser Vorgang wiederholt sich mehrere Male hintereinander. Auf diese Weise werden die Schläuche energisch geschüttelt und so gründlich vom anhaftenden Staub befreit. Da sich aber unter der Einwirkung des Saugwindes diese Staubmengen sofort wieder an den Schlauchwänden absetzen würden, wird während des Abklopfens durch eine Klappe die betreffende Abteilung vom Saugkanal abgeschlossen und gleichzeitig eine Öffnung freigelegt, durch die Außenluft eintreten kann. Der dadurch entstehende kräftige Gegenwindstrom nimmt seinen Weg von außen

nach innen durch die Schläuche, löst die an den Gewebeteilchen noch anhaftenden Staubeilchen ab und reißt sie nach unten fort. Da das Schließen und Wiederöffnen der Abschußklappe immer einige Sekunden vor Beginn oder nach Beendigung des Abklopfens erfolgt, haben die abgeschüttelten Staubeilchen Zeit, nach unten in den Fangraum zu fallen, ehe die Saugwirkung von neuem beginnt. Durch diesen Umstand mit der Wirkung des Gegenwindstromes vereinigt, wird eine gründliche Reinigung der Schläuche erzielt. Die Schlauchfilter bestehen stets aus mehreren Abteilungen, mindestens aus zwei, so daß immer eine Abteilung im Betrieb bleibt, wenn auch die andere zum Zwecke des Abklopfens gerade ausgeschaltet ist; eine Unterbrechung der Luftreinigung tritt also nicht ein. Der abgereinigte Staub kann aus dem Fangraum direkt abgesaugt oder auch durch eine Schnecke weitergeleitet werden.

Die Druckschlauchfilter werden je nach dem Verwendungszweck ebenfalls in Holz und Eisen ausgeführt, und zwar als offene und geschlossene Apparate. Bei Anlagen, in denen Wert auf große Feuersicherheit gelegt werden muß, ist die Ausführung in Eisen vorzuziehen; in diesem Falle kommen dann auch feuerfest imprägnierte Schläuche zur Anwendung.

Die offenen Druckschlauchfilter bestehen aus einem oberen und einem unteren Kasten aus Holz oder aus Eisenblech. Beide Kästen sind durch eine Anzahl vertikaler luftdurchlässiger Schläuche miteinander verbunden. Die Aufstellung geschieht derart, daß der untere (Staubsammelkasten) auf dem Fußboden zu stehen kommt, während der obere Kasten entweder mittels Schrauben an der Decke aufgehängt wird (hängende Anordnung) oder von vier am Unterkasten angebrachten Säulen getragen wird (freistehende Anordnung). Die erforderliche Spannung der Schläuche wird bei der hängenden Anordnung durch Anziehen der Schrauben, bei der freistehenden Anordnung durch eine Spannvorrichtung am oberen Kasten erreicht. Die Wirkungsweise der offenen Druckschlauchfilter ist folgende: Der obere Kasten wird mittels Rohrleitung mit der stauberzeugenden Maschine verbunden, so daß deren Exhaustor in den Kasten die stauberfüllte Luft hineinbläst. Diese nimmt dann durch den entstehenden Druck den Weg durch die Schläuche nach unten und entweicht nach ihrer Filtrierung durch die Poren der Schläuche in den Aufstellungsraum des Filters. Die von der Luft mitgeführten Staubeilchen werden von den Gewebefasern der Schläuche zurückgehalten und lagern sich auf der Innenfläche dieser Schläuche ab. Eine Reinigungsvorrichtung hält die Schläuche dauernd sauber. Diese Reinigungsvorrichtung besteht aus einem mit großmaschigem Drahtnetz überspannten Rahmen, durch dessen jede Masche, die einen kleineren Durchmesser als die Schläuche hat, ein Schlauch hindurchgezogen ist. Diese Schläuche werden beim Auf- und Niederbewegen des Rahmens eingeschnürt, wodurch sich der an den Innenwandungen anhaftende Staub ablöst und durch den abwärts gerichteten Luftstrom in den unteren Sammelkasten befördert wird, aus welchem er durch einen selbsttätigen Räumer oder durch eine Transportschnecke entfernt wird. Wenn mehrere Maschinen an einen solchen offenen Druckschlauchfilter angeschlossen sind, müssen der obere wie auch der untere Kasten in ebenso viele Abteilungen geteilt werden, als Maschinen vorhanden sind. Die Filterflächen der einzelnen Abteilungen sind dann entsprechend zu bemessen.

Geschlossene Druckschlauchfilter. Eine solche Filteranlage besteht aus einer Anzahl zylindrischer Apparate, deren jeder für sich einen geschlossenen Teil bildet und im Innern ein System von acht Filterschläuchen enthält. Die normale Bauhöhe beträgt 3 m und die Filterfläche hierbei 11 qm auf den Zylinder. Ist eine größere Filterfläche nötig, so werden mehrere solcher Zylinder nebeneinandergeschaltet. Diese Filter wirken folgendermaßen: Der Druckrohrstrang, der von den mit eigenem Exhaustor versehenen Maschinen kommt, ist an ein Verteilungsrohr angeschlossen, aus welchem die mit Staub gefüllte Luft durch einen Stutzen in den konischen Fangraum gelangt, der zugleich den aufgefangenen Staub aufnimmt. Von hier aus strömt die Luft von unten in das Innere der Schläuche. Da diese oben durch Deckel verschlossen sind, muß die Luft durch die Poren in das Gehäuse austreten. Hierbei wird der Staub von den Gewebefasern der Schläuche zurückgehalten und setzt sich an den Innenwandungen der Schläuche ab. Oben verläßt die gereinigte Luft das Gehäuse und kann mittels besonderer Rohrleitungen bis übers Dach ins Freie oder in einen anderen Raum geleitet werden. Beim Vorhandensein mehrerer Maschinen, die an einen solchen Druckschlauchfilter mit mehreren Maschinen angeschlossen werden, muß der gemeinschaftliche Druckkanal in so viel Kammern eingeteilt werden, als Maschinen vorhanden sind. Die in jedem Zylinder befindliche Gruppe von acht Schläuchen, die am oberen Ende durch Deckel verschlossen sind, hängen an einem mit Federspannung versehenen Gestänge, welches von Zeit zu Zeit mittels einer automatischen Hebelvorrichtung in den Bereich eines stetig kreisenden Abklopfdaumens gebracht und dadurch um ein gewisses Maß sanft gesenkt wird, um dann plötzlich in die ursprüngliche Lage zurückzuschleunigen. Die auf diese Weise erzielte energische Schüttelbewegung der Schläuche befreit den Filterstoff gründlich von allem anhaftenden Staub. Da einige Sekunden vor Beginn der Schüttelbewegung mittels Hebel und Gestängeübersetzung im Einlaßstutzen eine Klappe umgeschaltet wird, so wird der Windstrom von der zu reinigenden Abteilung abgestellt, und der abgeklopfte

Staub kann frei in den Fangtrichter fallen. Dieser Abklopfvorgang wiederholt sich einige Male hintereinander, wodurch eine gute Reinigung erzielt wird. Kurz nachdem die Abkloppperiode beendet ist, öffnet sich die Klappe im Stutzen wieder automatisch, so daß die Abteilung wieder betriebsbereit ist. Bei aus mehreren Zylindern bestehenden Anlagen werden die Abklopfdäusen für alle Apparate auf einer gemeinschaftlichen Welle angeordnet, und zwar so, daß die Abreinigung der einzelnen Apparate hintereinander erfolgt. Da stets die anderen Apparate im Betrieb bleiben, tritt eine Unterbrechung der Filtrierung nicht ein. Der im Fangraum gesammelte Staub kann aus diesem direkt abgesackt oder durch eine Schnecke weitergeführt werden.

**Staubsaammelschnecken.** Die Staubsaammelschnecken, die namentlich bei umfangreichen Anlagen Verwendung finden, werden zwischen den Maschinen und den Filtern eingebaut. Sie werden in möglichst gerader Richtung geführt, so daß sie gewissermaßen als Hauptstrang gelten, an den die zu aspirierenden Maschinen durch kurze Zwischenleitungen von beiden Seiten aus leicht angeschlossen werden können. Man vermeidet auf diese Weise ein weitverzweigtes, kostspieliges und raumverschwendendes Rohrnetz. Durch angebrachte Regulierklappen ist man in der Lage, bei den Staubsaammelschnecken eine gleichmäßige Entlüftung sämtlicher angeschlossenen Maschinen zu erreichen. Im Vergleich zu den Zwischenleitungen erhalten diese Sammelkanäle verhältnismäßig große Querschnitte, so daß in ihnen eine geringere Luftgeschwindigkeit herrscht, wobei sich schon ein großer Teil des in der Luft enthaltenen Staubes hier ablagert und die Filter bedeutend entlastet werden. Infolge der eigenartigen Form der Kanäle lagert sich der abgeschiedene Staub auf dem schmalen Grunde ab, von wo er dauernd durch die daselbst befindlichen Schnecken weiterbefördert und entfernt wird. Diese Staubsaammelschnecken werden mit Holz- und Eisentrögen angefertigt.

In Fällen, wo der Staub sich nicht im trockenen Zustande niederschlagen läßt, weil die Staubluft eine zu hohe Temperatur hat oder zuviel Wasser- oder Säuredämpfe enthält, kommen mit Erfolg Vakuumapparate mit Separator zur Anwendung. Diese Apparate bestehen aus einem kräftigen, schmiedeeisernen Gehäuse, in welches ein Flügelwerk eingebaut ist, das die Staubluft ansaugt. Sobald der zu entstaubende Luftstrom in den Saugraum getreten ist, wird er von einem sehr feinen Wasserregen, den ein Rotationskörper erzeugt, in senkrechter Richtung dergestalt getroffen, daß jedes Staubeilchen gleichsam vom Wasser eingehüllt ist. Dieses Gemisch von Wasser, Staub und Luft prallt nun, abgelenkt von seiner Richtung, gegen die Schaufeln des erwähnten Flügelwerkes. Diese schleudern es in den Separator, wo es gegen schräggestellte Klappen prallt. Hierdurch wird im Verein mit einer Umlenkung des Luftstromes um etwa 160° im Separator bewirkt, daß sich die mit Wasser beschwerten Staubeilchen niederschlagen, um dann als Trübe aus dem Auslaustutzen zu laufen, der sich am Boden des Separators befindet. Von hier aus kann die Trübe in ein Klärbecken geleitet werden. Die nunmehr vollständig gereinigte Luft entweicht oben aus dem Separator ins Freie.

Der Wasserbedarf ist verhältnismäßig gering und kann der jeweils niederzuschlagenden Staubmenge von Hand angepaßt werden. Um Wasser zu sparen, ist man in der Lage, aus dem Klärhassin zurückgepumptes Wasser zu verwenden. Eine Verstopfung durch mitgerissene Schlammteile ist dabei ausgeschlossen. Die Klappen des Separators können von außen durch Hebel in Kulissenführung eingestellt werden.

Wenn schon bei Dampf- und Wasseranlagen größter Wert auf gute Ausgestaltung und Durchbildung der Rohrleitungen zu legen ist, so ist ein gut und richtig konstruiertes und peinlich sauber ausgeführtes Rohrnetz für Entstaubungs-, Lüftungs- und Absauganlagen Grundbedingung. Ein zufriedenstellendes Arbeiten hängt von der fehlerfreien Bauart und Montage der Rohrwege direkt ab und schon ein geringes Versehen kann zum Versagen der Anlage und zu hohem Kraftverbrauch führen. Sind z. B. die Abmessungen der Absauganlagen zu groß gewählt, so ergibt sich in den betreffenden Apparaten eine geringere Luftgeschwindigkeit als in dem Absaugrohr. Wenn andererseits die Querschnitte der Apparate zu klein sind, so entstehen infolge der größeren Luftgeschwindigkeiten Wirbelbildungen und Stauungen. Die Windgeschwindigkeit in den Rohren beträgt 15–25 m/sek. Bei einer so großen Geschwindigkeit darf der Wind nicht durch rechtwinklige Knie- oder T-Stücke in eine andere Richtung geleitet werden, da diese Hindernisse für den Wind bilden und die Leistung des Luftförderers nicht voll zur Geltung kommen lassen. Der Übergang des Rohres in eine andere Richtung muß durch einen großen, möglichst schlank verlaufenden Bogen erfolgen. Ableitungen vom Hauptrohr sind zunächst unter möglichst kleinem Winkel als schräge Stützen anzusetzen, alsdann ist der Übergang in die neue Richtung durch einen großen Bogen zu vermitteln. [A. 208.]

## Der jetzige Stand der Bestimmung der Bromzahl der Öle und Fette.

Von Prof. Dr. WILHELM VAUBEL in Darmstadt.

(Eingeg. 13./9. 1922.)

Die immer zunehmende Verteuerung des Jods zwingt bei einer größeren Anzahl von analytischen Methoden auf Ersatz zu sinnen.

Dies gilt insbesondere für die so häufig ausgeführten Bestimmungen der Jodzahl der Öle und Fette, bei denen vielfach noch besondere Ausgaben für dazu notwendige Lösungsmittel hinzukommen. Da die von mir schon vor längerer Zeit<sup>1)</sup> vorgeschlagene und seit dieser Zeit ununterbrochen benutzte Methode der Bestimmung der Bromzahl der Öle und Fette erheblich billiger und im allgemeinen rascher ausführbar ist, möchte ich sie hier nochmals empfehlen.

Der jetzige Stand der Ausführung ist folgender: 1–2 g Öl oder Fett werden in etwa 50 ccm Tetrachlorkohlenstoff gelöst und in eine Stöpselflasche von etwa 1 l Inhalt gebracht. Man fügt etwa 200 bis 300 ccm fünfprozentige Schwefelsäure hinzu. Hierauf läßt man unter öfterem Umschütteln eine eingestellte Lösung von Natriumbromid-Bromat zu, die durch Eintragen von 220 g Brom in eine heiße Lösung von 130 g Natriumhydroxyd in 4 l Wasser erhalten wird. Natürlich kann man auch von Kaliumbromid und Kaliumbromat ausgehen, von denen dann 400 oder 82,6 g auf 4 l zu verwenden wären. Die Einstellung kann mit Hilfe von Jodkalium und Thiosulfat erfolgen.

Von der Bromid-Bromat-Lösung gibt man, falls zunächst die Feststellung der primären Bromzahl gewünscht wird, soviel hinzu, bis für einige Minuten bleibende Bromreaktion, kenntlich an der Gelbfärbung, vorhanden ist. Diese Bestimmung liefert keine ganz genauen, aber immerhin brauchbaren Werte.

Alsdann gibt man, immer unter öfterem Umschütteln, weitere Bromlösung hinzu, bis starke Gelbfärbung deutlichen Überschuß anzeigt. Man läßt unter zeitweiligem Umschütteln  $\frac{1}{4}$ – $\frac{1}{2}$  Stunde stehen und titriert hierauf den Bromüberschuß mit Bisulfid-Lösung zurück (etwa 50 g pro Liter). Diese Lösung wird regelmäßig auf die Bromid-Bromat-Lösung eingestellt, da der Titer sich langsam ändert, aber längst nicht in dem Maße wie bei einer gewöhnlichen Sulfid-Lösung aus  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ .

Man gibt von der Bisulfid-Lösung unter öfterem Umschütteln allmählich zu, bis die Bromfärbung schwach geworden ist. Alsdann fügt man ein ganz kleines Körnchen Jodkalium zu. Jod wird frei, wird aber hierbei meist noch nicht sichtbar, da sich farbloses Bromjod bildet. Weiteres vorsichtiges Zugeben von Bisulfid-Lösung ruft zunächst eine Schwächerwerden der Gelbfärbung hervor, zuletzt wird die Lösung farblos, bis sich dann mehr oder weniger plötzlich Violettfärbung zeigt. Man fügt wieder Bisulfid-Lösung hinzu bis zum Verschwinden der Jodfärbung. Bei sehr stark gefärbten Ölen muß eventuell Jodkaliumstärkepapiert verwendet werden.

Nach Feststellung des Endpunktes gibt man von neuem 5 ccm Bromid-Bromat-Lösung hinzu und stellt auf diese die Bisulfid-Lösung ein. Nach entsprechender Umrechnung erhält man so die sekundäre Bromzahl, die der Jodzahl entspricht. Die Werte für die Bromzahlen werden also als Jodzahlen angegeben, da diese Konstanten nun einmal allgemein eingeführt sind.

Kleinere Fehlerquellen hat diese Methode mit den direkten Methoden der Bestimmung der Jodzahl gemein. Immerhin sind sie soweit herabgedrückt, daß eine für die Praxis hinreichende Genauigkeit ermöglicht wird. Auf bei den Bromierungen im geringen Umfange stattfindende Substitutionserscheinungen bei Gegenwart von Halogenwasserstoffsäuren habe ich schon früher hingewiesen<sup>2)</sup>. Ebenso haben Meigen und Winogradoff<sup>3)</sup> solche sowie Anlagerung von Halogenwasserstoff an die doppelt gebundenen Kohlenstoffatome der Fettsäuren beobachtet. Diese Fehler kann man auf ein geringes Maß herabdrücken durch möglichst gleichartiges Arbeiten, Verwendung von geringen Mengen Salzsäure (etwa zur Ansäuerung 0,5%), da, wo es angebracht ist, oder wie oben vorgeschlagen durch Zusatz von Schwefelsäure. Essigsäure, die ich z. B. bei der Bestimmung des Terpinolöls benutzte, kommt bei der oben beschriebenen Methode nicht in Frage, da sie nicht genügend Brom frei macht. Selbst wenn man eine Lösung von Bromid und unterbromigsaurem Salz benutzt, würde ihre Verwendbarkeit beeinträchtigt sein.

Natürlich kann man den Bromüberschuß nach Zusatz von viel Jodkalium auch mit Thiosulfat zurücktitrieren, hätte dann aber wieder den Verbrauch eines sehr teuren Materials. Das freie Brom mit Thiosulfat direkt zurückzutitrieren geht nicht, da sich selbstverständlich eine Reihe von verschiedenen Oxydationsprodukten bildet, also die Reaktion nicht in einer Richtung verläuft.

Die gleiche Methode dient zur Bestimmung von Harzen, Kautschuk usw. Bei der Bromierung von Phenol, Anilin usw., also bei im wesentlichen Substitutionen betreffenden Bromierungen wird anders verfahren. Vgl. hierzu mein Buch über „Quantitative Bestimmungsmethoden organischer Verbindungen“.

[A. 228.]

### Nachschrift zu dem Aufsatz

### Neue Arzneimittel

(diese Zeitschrift 35, 635 [1922]). Wie mir die Firma Böhringer in Nieder-Ingelheim mitteilt, ist ihr Cadechol keine Verbindung des Camphers mit Choleinsäure, sondern „Camphercholeinsäure“. Was meine Redewendung, „Cadechol ist angeblich“, anbelangt, so möchte ich zur Vermeidung von irrigen Ansichten und Auslegungen bemerken, daß damit die Zusammensetzung des Cadechols nicht in Zweifel ge-

<sup>1)</sup> W. Vaubel, Ztschr. f. angew. Chem. 23, 2077, 2078 [1910].

<sup>2)</sup> W. Vaubel, Chem.-Ztg. 26, 1220 [1902].

<sup>3)</sup> W. Meigen u. A. Winogradoff, Ztschr. f. angew. Chem. 27, 241 [1914].