

kommt sie nach Ansicht von Herrn Schrauth dadurch zustande, daß (nach Aufnahme von Sauerstoff durch die erstgenannten) Phenolgruppen gebildet worden sind, die mit Alkali salzartige Verbindungen zu geben vermögen. [A. 109.]

Nachtrag zur Geschichte der Oxydation des Braunkohlengasöls mit Ozon.

Von Dr. F. Evers, Berlin.

(Eingeg. 20.5. 1924.)

Diese interessante Reaktion, mit Hilfe deren man aus einem billigen Ausgangsmaterial in einfacher Weise ein Gemenge von Säuren darstellen kann, die eine gut schäumende Seife geben, ist noch lange nicht erschöpfend durchgearbeitet worden. Wenn auch heute die Versorgung der Seifenindustrie mit Fettsäuren aus tierischen und pflanzlichen Fetten noch billiger ist als die durch Darstellung mit Ozon, so wird die Ozonreaktion in Zukunft doch noch eine Rolle spielen, wenn die weitere Ausarbeitung der Verfahren zur Veredlung der Kohle geeigneter Öle als Rohmaterial in genügender Menge sicherstellen kann.

Es erscheint mir daher wichtig, festzustellen, daß der Gedanke, Seifen aus Gasölen mit Ozon darzustellen, zuerst von Herrn R. Koetschau, Hamburg, ausgesprochen worden ist. Er hat die ersten orientierenden Versuche im Laboratorium der Mineralölwerke Albrecht & Co., Hamburg, gemacht und die ersten Mitteilungen über diese neue Anwendung der Harrieschen Reaktion publiziert. Als Schüler und langjähriger Assistent von Harries hat er sich mit ihm zur weiteren Verfolgung seiner Idee vereinigt. Diese Zusammenarbeit hat uns dann die schöne Arbeit über die Erzeugung von Fettsäuren aus Braunkohlengasöl geliefert. [A. 106.]

Berichtigung.

In dem Aufsatz: „Lebensmittelchemisches und Technologisches vom Tee“ von Dr. R. Dietzel und Dr. K. Täufel (vgl. Z. ang. Ch. 37, 362 [1924]) steht auf Seite 3 in Fußnote ¹⁾ fälschlich: Kommissionsverlag H. Bechstein, Buchhandlung, München. Es muß richtig heißen: Michael Beckstein, Buchhandlung, München, Müllerstr. 1.

Neue Apparate.

Über einen Laboratoriumsapparat für die Behandlung von Mineralölen u. dgl. mit flüssigem Schwefeldioxyd nach Verfahren Edeleanu.

Nachdem das Verfahren von Edeleanu, Mineralöle, Braunkohlenteeröle usw. durch Behandlung mit schwefliger Säure zu reinigen, in der Praxis zu ausgedehnter Anwendung gelangt ist, soll im nachstehenden eine Beschreibung eines für die Ausführung des Verfahrens im Laboratorium geeigneten Apparates nebst Ansichtsabbildung und Schemaskizze gegeben werden, welcher sich bewährt hat und das Manipulieren in geschlossenen Räumlichkeiten ohne besondere Belästigung des Arbeitenden gestattet.

Der Apparat besteht aus fünf kupfernen Gefäßen von je 2–2,5 l Inhalt, welche durch Leitungen und Ventile, deren Gebrauch aus dem Nachfolgenden hervorgeht, miteinander verbunden sind.

Außerdem ist die Apparatur mittels einer Leitung r mit der auswechselbaren Vorratsflasche Z verbunden.

Die einzelnen Gefäße sind folgende: A: Mischgefäß, versehen mit Rührer, großem und kleinem Schauglas, Skala, Thermometerhülse, Fülltrichter und Außenmantel zur Aufnahme von Kühl- oder Heizflüssigkeit. B: Meßbehälter für flüssiges Schwefeldioxyd mit Mantel und Standglas. C, D und E: Vorlagen mit

Manometern. C hat außerdem noch eine geschlossene Thermometerhülse.

Arbeitsvorschrift. Bei der Behandlung eines Produktes mit flüssigem Schwefeldioxyd kommen im allgemeinen folgende Fälle in Betracht:

1. Das Produkt wird mit der anzuwendenden Menge flüssigen Schwefeldioxyds auf einmal in einer einzigen Portion behandelt.

2. Die anzuwendende Menge flüssigen Schwefeldioxyds wird in mehreren Portionen zugegeben und der jedesmal resultierende Extrakt für sich abgelassen.

3. Behandlung mit flüssigem Schwefeldioxyd unter Wiederverwendung der von früheren Operationen herrührenden Extrakte (Gegenstromverfahren).

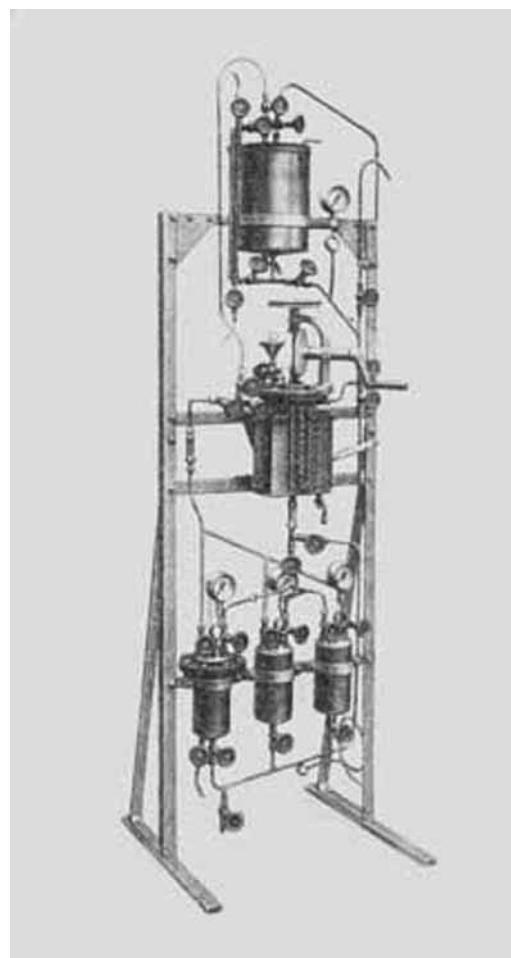


Fig. 1.

I. Arbeitsweise bei einmaliger Behandlung mit Schwefeldioxyd.

1. Einfüllen des zu behandelnden Produktes in den Mischer A. Zunächst öffnet man Ventil 1 und läßt durch den darüber befindlichen Trichter die abgewogene oder abgemessene Menge des zu behandelnden Öls in den Mischer A einfließen, wobei man die Ventile 8, 6, 7 und 3 öffnet, damit die Luft entweichen kann. Hat man sehr dicke Öle, so kann man das Einfüllen durch Evakuieren beschleunigen, indem man an dem freien Rohrstück oberhalb des Ventils 24 vermittels einer Vakuumleitung saugt und die Ventile 4, 6, 7, 8 und 24 unter Schließung aller anderen Ventile öffnet.

2. Einfüllen des Schwefeldioxyds. Darauf öffnet man das an der Leitung r, die von der Schwefeldioxydflasche Z zu dem Abmessgefäß B geht, befindliche Ventil 2 und läßt in das mit einer Skala versehene Abmessgefäß B flüs-

siges Schwefeldioxyd eintreten, bis das gewünschte Quantum eingelaufen ist, wobei man das Entlüftungsventil 3, von dem die Leitung nach dem Abzug geht, ein wenig öffnet. Das abgemessene flüssige Schwefeldioxyd wird nun durch Öffnen der Ventile 4 und 5 und der Druckausgleichsventile 6, 7 und 8 in den Mischer A einfließen gelassen, worauf man durch kräftiges Rühren mit dem Rührer den Mischerinhalt durcheinander mischt. Wenn das Rühren so stark ist, daß der Mischerinhalt sich sehr fein verteilt, so genügt eine Rührdauer von wenigen Minuten.

Es empfiehlt sich, den Rührer erst dann in Bewegung zu setzen, wenn man die Ventile 4–8 wieder geschlossen hat, da sonst durch zufällige momentane Druckunregelmäßigkeiten leicht ein Hinaufsteigen von Mischerinhalt in die Leitungen und bis ins Gefäß B stattfinden kann.

Die gewünschte Temperatur erreicht man durch Kühlen des Mischermantels mittels Wasser oder Kältemischung oder, falls Erwärmung, z. B. zur Entleerung des Raffinats (vgl. unten)

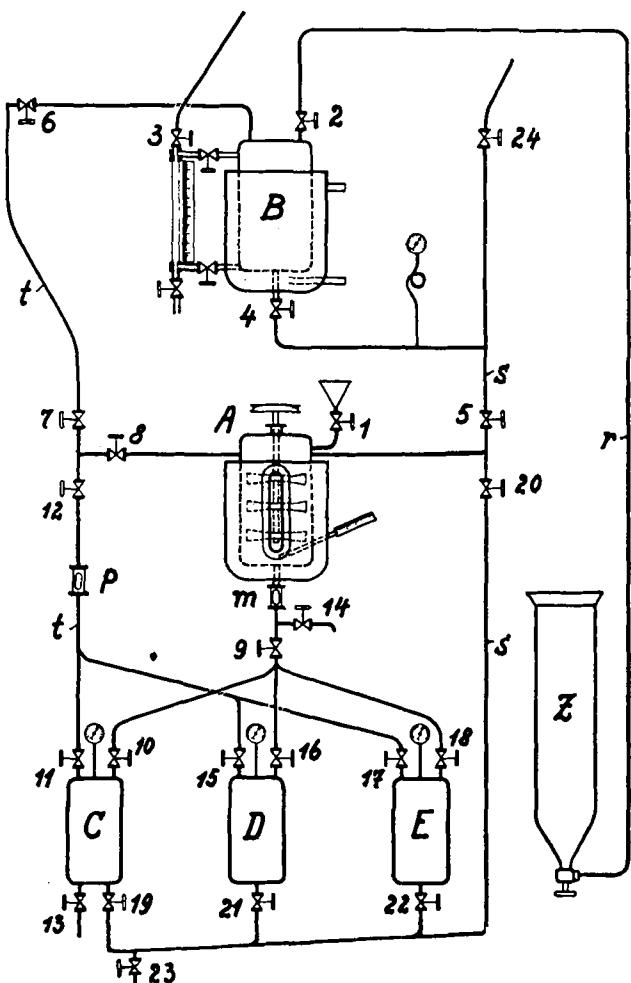


Fig. 2.

beabsichtigt ist, durch Einfüllen von warmem Wasser in den Mischermantel.

3. Ablassen des Extraks und Raffinats. Nach Abstellung des Rührers kann man an dem großen Schauglas das Absetzen der Flüssigkeiten beobachten. Das Ablassen des Extraks nach der Vorlage C geschieht durch Öffnen der Ventile 9 und 10, sowie der Druckausgleichsventile 11, 12 und 8. Durch das am Mischerauslaß befindliche kleine Schauglas in beobachtet man die Scheidelinie zwischen den beiden Schichten.

Aus der Vorlage C wird der Extrakt durch Öffnen des am Boden befindlichen Ventils 13 in eine gewöhnliche gläserne Saugflasche mit durchbohrtem Gummistopfen und nach dem Rauchfang führenden Abzugsschlauch abgelassen, und durch Abdampfen in einem Kolben oder einer Schale auf dem Wasserbad das Schwefeldioxyd vertrieben. Anstatt durch die Vorlage C kann man den Extrakt auch aus dem Mischer direkt

mittels des Ventils 14 ablassen, im allgemeinen zieht man aber die erstere Art vor und benutzt das Ventil 14 nur zum Herausschütteln des Raffinats (siehe unten).

Anstatt das Schwefeldioxyd verlorenzugeben, kann man es auch, ähnlich wie im Großbetrieb, wiedergewinnen (siehe Näheres hierüber weiter unten).

Das Raffinat läßt man durch das Ventil 14 ab.

Man kann auch die im Raffinat enthaltene geringe Menge Schwefeldioxyd vor dem Entleeren zum größten Teil austreiben, indem man den Mantel des Mischers mit heißem Wasser füllt und die Ventile 8, 7, 6 und 3 vorsichtig (wegen Gefahr des Schäumens) öffnet. Dies empfiehlt sich besonders für Raffinate von Schmierölen, deren Entleerung, wenn sie noch Schwefeldioxyd enthalten, sich wesentlich unangenehmer gestaltet, indem sie beim Austreten aus dem Ventil durch die eintretende Abkühlung oft dickeigig werden, sich aufblähen und auch ohne Erwärmung nicht vollständig aus dem Mischer herausgehen.

Ventil 23 dient zum völligen Entleeren der Steigleitung s von etwa zurückgebliebenen Extraktresten.

II. Die Behandlung eines Produktes mit Schwefeldioxyd in mehreren Portionen geschieht genau wie nach I, nur mit der Abänderung, daß die dort geschilderten Manipulationen sich für jede zugefügte Portion frischen Schwefeldioxyds wiederholen.

III. Gegenstromverfahren.

Man behandelt zunächst das in A eingefüllte Produkt mit einer bestimmten Menge flüssigen Schwefeldioxyds und zieht den Extrakt, der Extrakt I genannt wird, durch die Vorlage C nach der Saugflasche ab, wie unter I beschrieben, wobei man die Wiedergewinnung des Schwefeldioxyds einschalten kann (vgl. unten).

Ebenso erfolgt eine zweite, dritte und vierte Behandlung mit Schwefeldioxyd, aber die resultierenden Extrakte werden in den Vorlagen C, D und E für die nächste Operation aufbewahrt. Bei dieser Operation 2 wird demgemäß zunächst der Inhalt der Vorlage C, d. i. Extrakt II vom vorhergegangenen Versuch, zu der frischen, in den Mischer gefüllten Menge zu behandelnden Öls gebracht, und zwar, indem man die Ventile 19 und 20 öffnet und C mittels eines Bunsenbrenners erhitzt, wodurch der Inhalt von C durch die Steigleitung s in den Mischer getrieben wird. Nach darauf erfolgtem Rühren wird dann der nun zum „Extrakt I von Versuch 2“ gewordene Extrakt in das Gefäß C abgelassen, in die Saugflasche abgezogen usw.

In gleicher Weise bringt man die in D und E befindlichen Extrakte 3 und 4 nach dem Mischer und hebt die nun als Extrakt 2 und 3 den Mischer wieder verlassenden in Gefäß C und D für die nächste Operation auf. Für die vierte Behandlung des Öls verwendet man immer frisches Schwefeldioxyd, der Extrakt IV kommt immer in Vorlage E. Nach dem Ablassen der Extrakte entleert man das Raffinat durch das Ventil 14.

Wiedergewinnung und Wiederverwendung des flüssigen Schwefeldioxyds.

Anstatt das flüssige Schwefeldioxyd des Extraktes durch Abdampfen ins Freie verlorenzugeben, kann man dasselbe, wie oben schon erwähnt, immer wiedergewinnen und wieder verwenden. Man erhitzt zu diesem Zwecke den in die Vorlage C abgelassenen Extrakt mittels eines Bunsenbrenners unter Öffnung der Ventile 11, 12, 7 und 6. Gleichzeitig füllt man in den Mantel von B Wasser und Eisstücke. Das flüssige Schwefeldioxyd verdichtet sich dann in dem Gefäß B und kann für den nächsten Versuch wieder verwendet werden. Da der Mantel von B Stutzen zur Zu- und Ableitung von Kühlwasser hat, so ist es bequemer, sich zum Kühlen des laufenden Wassers zu bedienen, anstatt der Eismischung.

Damit bei dem Abtreiben des Schwefeldioxyds aus C nach B kein Überschäumen stattfindet (was bei Verarbeitung gewisser Öle möglich wäre), ist in die Leitung t ein Schauglas p eingebaut, durch welches man das Destillieren beobachten kann. Selbst bei mäßiger Kühlung und so schnellem Erhitzen, daß das Schwefeldioxyd innerhalb 10 Minuten abdestilliert, steigt der Druck nicht über $5\frac{1}{2}$ –6 Atmosphären. Das Ende der Destillation erkennt man am Rückgang des Drucks und am Wärmerwerden des Inhalts von C. —

Für die Erhaltung des Apparates in gutem und stets arbeitsfähigem Zustande ist die Dichtigkeit der einzelnen Ventile und der Stopfbüchse des Rührers von grundlegender Bedeutung. Trifft dies nicht zu, so wird nicht nur der Arbeitende durch Schwefeldioxyddämpfe belästigt, sondern der Apparat gerät in immer weniger brauchbaren Zustand.

Man verwendet als Packung für Ventile und Stopfbüchse kleine geflochtene Baumwollstränge, keinesfalls aber loses ungeflochtenes Material, wie z. B. Hanffasern. Die Packung tränkt man mit einer Masse, die man sich aus in Schwefeldioxyd möglichst unlöslichen Körpern bereitet hat. Sehr geeignet ist eine Mischung aus Montanwachs, Paraffin und dem Schwefeldioxydräffinat aus einem schweren Schmieröl, wobei man die drei Komponenten zu gleichen Teilen zusammenmischt.

Will man Versuche mit neuen Ölproben machen und jede Verunreinigung durch Reste aus vorhergehenden Versuchen vermeiden, so muß der Apparat gereinigt werden. Man verfährt dabei am einfachsten so, daß man die erste Operation als Spüloperation ansieht und die erhaltenen Produkte vernachlässigt und darauf erst den maßgebenden Versuch mit dem gleichen Ausgangsmaterial macht. Hat man aber nur wenig von dem neuen Ausgangsmaterial, so kann man, anstatt eine Spüloperation zu machen, auch die Gefäße mit Benzol reinigen, wobei man mit dem Benzol zunächst den Mischer reinigt und dasselbe dann abwechselnd in die Vorlagen C, D und E vom Mischer aus laufen läßt, und von den Vorlagen in den Mischer zurück vermittels des Steigrohres und unter Zuhilfenahme von Vakuum. Dabei ist zu beachten, daß es, um das Benzol aus den Gefäßen C, D und E nach dem Mischer zu schaffen, nicht genügt, im Mischer A durch Absaugen Luftverdünnung zu erzeugen und die Ventile des Steigrohres zu öffnen, man muß vielmehr, wenn man beispielsweise das Benzol aus dem Gefäß D nach A bringen will, außer den Steigrohrventilen 20 und 21 auch die Ventile 13, 10 und 16 öffnen, damit in das sich nach A entleerende Gefäß D Luft nachströmen und das Hinaufdrücken des Inhaltes von D beschleunigen kann. Die letzten Reste von in der Apparatur zurückbleibendem Benzol entfernt man, indem man unter gelindem Erwärmen Luft durchleitet.

Der Apparat kann durch die Allgemeine Gesellschaft für Chemische Industrie m. b. H., Berlin-Schöneberg, Martin-Luther-Str. 61/66, welche Inhaberin der Edeleanu-Patente ist, bezogen werden.

H.

Rundschau.

In Gotha wurde am 1. Juli das neue öffentliche Untersuchungsgesamt Gotha für die Stadt- und Landkreise Arnstadt, Eisenach, Gotha und Sondershausen auf Grund des Thüringischen Notgesetzes vom 28. Juni 1923 betr. die Überwachung des Verkehrs mit Nahrungsmitteln, Genußmitteln und Gegenständen des täglichen Bedarfs eröffnet. Zum Leiter des Amtes wurde Dr. W. Leuze aus Sondershausen bestellt.

Vereine und Versammlungen.

Gesellschaft für Braunkohlen- und Mineralölforschung.

Festsitzung der Hauptversammlung der Gesellschaft für Braunkohlen- und Mineralölforschung.

Berlin, den 26. Juni 1924.

Nach den einleitenden Worten des Vorsitzenden (Miedendorf) und der Erstattung des Jahresberichtes durch den Geschäftsführer sprach Prof. Dr. F. Frank, Berlin, über: „Die Arbeiten des Institutes für Mineralölforschung“.

Er behandelte zunächst die Wasserreinigungsarbeiten, die sich auf die Abwässer der Generatoren bezogen. In den meisten Fällen konnten die Schwierigkeiten, die sich aus den großen Abwassermengen ergaben, dadurch behoben werden, daß an Stelle von Rohkohlen Brikettkohle vergast wird. Neuerdings wird die Frage nach der Beseitigung von Abwässern, die in städtische Abwasserleitungen gelangen, behandelt. Ein weiteres Arbeitsgebiet war die Verarbeitung von Teeren, die an

Generatorwerke entfallen. Bei Anwendung von Filtrationsmethoden kann eine Reihe bisher schwer verarbeitbarer Teere Verwendung finden, die gute Ausbeute an Treibölen und Paraffin liefern. Die störenden und hochsiedenden Phenole lassen sich durch Hydrierung in normale Kresole umwandeln. Das Paraffin bleibt, wenn richtige Temperaturen eingehalten werden, unverändert. Vortr. weist auf die Übereinstimmung mit den Arbeiten von Bergius hin, wie sie auf der Rostocker Hauptversammlung vorgetragen wurde.

Eine Reihe von Kohlen wurde auf Schwelwürdigkeit geprüft. Keine der bisher bekannten Methoden ergab zuverlässige Bestimmungen, weshalb eine eingehende Bearbeitung dieser Frage notwendig sein dürfte. Schmieröle aus Erdölen wurden eingehend untersucht. Die Arbeiten wurden in Gemeinschaft mit den Arbeiten über Energieleistung mit der Berlin-Anhaltischen Maschinenbau-Fabrik A.-G., Dessau, ausgeführt. Eine Reihe von Ölen wurde auf ihre Viscositätskurven geprüft. Eingehende Bearbeitung fand die Verwendung des Vogel-Ossag-Viscosimeters, wodurch eine weitgehende Anwendung dieses einfachen Apparates sichergestellt wurde. Der weitere Teil des Berichts behandelte die Forschungsergebnisse des Institutes: Dr. Volmers Arbeit über die „Basischen Anteile des Braunkohlen schwelteers“, ferner eine Arbeit von Kari über die „Untersuchung der niedrig siedenden Fraktionen der Neutralöle des Generatoreers“. Benthi hat sich mit der „Untersuchung des mit Wasserdampf von 100° nicht flüchtigen Anteils des Generatoreers“ beschäftigt.

Prof. Dr. Tübben, Berlin: „Neue Hilfsgeräte im Grubenrettungswesen“.

Auf dem Gebiete des Feuerlöschwesens und der Schlauchapparate zeigt sich ein gewisser Abschluß, anders hingegen bei den frei tragbaren Sauerstoffapparaten, bei den Leuchtgeräten und bei der Wiederbelebung. Bei den frei tragbaren Sauerstoffapparaten wird heute Drucksauerstoff bevorzugt. In der Frage, ob die Luftzufuhr durch die Nasenatmung — also mit dem Kopf abschließenden Helme oder Masken — oder durch Mundatmung besser erfolgen, scheint eine Klärung zugunsten der Mundatmung eingetreten zu sein, da der Abschluß des Kopfes in der Bewegungsfreiheit hindert und das Gesichtsfeld beeinträchtigt. Die Sauerstoffapparate sind in ihren Grundlagen unverändert geblieben. Neu ist nur, daß für die Absorption durch Ätzkali oder Äznatron Papierröllchen, die damit getränkt sind, nach dem System der Raschig-Ringe in Anwendung kommen. Zwischen Injektor und Lungenkraft — und automatischen Lungenkraftapparaten seit etwa 1913 — beherrschten die Injektorengeräte fast ausschließlich das Feld. 1913 auf dem Wiener Kongreß hat Vortr. Ausführungen über Lungenkraftgeräte gemacht, die im Weltkriege allseitig Aufnahme fanden. Bei Beurteilung der Apparate sind die physiologischen Vorgänge bei der Atmung zu berücksichtigen. Normalerweise macht der Mensch 16—20 Atemzüge in der Minute und verbraucht dabei 40—60 l Luft. In 23 Sekunden durchfließt das Blut den Körper, wobei 4—5 % Sauerstoff in die Blutbahn gehen. Neuerdings ist festgestellt worden, daß 5—6 % Kohlensäure in den Lungenbläschen konstant enthalten sein müssen, damit das Atemzentrum funktioniert. Vortr. erwähnt, daß bei der Verwendung von Mundatmung besonders auf guten Sitz der Nasenklemme zu achten ist, und daß die Amerikaner als Nasenverschluß mit Vaseline getränktes Watte verwenden. Bei allen Geräten ist jetzt für automatische Regulierung der Atemluft gesorgt, insbesondere auch dafür, daß eine zu große Anreicherung an Stickstoff nicht vorkommen kann. Denn wenn auch für Rettungszwecke nur Sauerstoff Verwendung findet, der mindestens 98 % Sauerstoff enthält, so bedeuten doch die Restprozente an Stickstoff eine Gefahrenquelle. Alle neuen Apparate zeichnen sich auch dadurch aus, daß in irgendeiner Form, meist durch ein Beipäfventil, eine automatische Regulierung der Sauerstoffzufuhr vor sich geht. Von Leuchtgeräten führt Vortr. ein solches vor, welches durch einfaches Kippen das Aufflammen der elektrischen Lampen bewirkt; hierdurch wird nicht nur die größte Einfachheit erreicht, sondern auch sichergestellt, daß bei Nichtverwenden kein Kontakt vorhanden ist. Auf dem Gebiete der Wiederbelebung erwähnt Vortr. das Lobelin, ein Alkaloid aus Lobelia inflata. Eine subkutane Injektion von 10 mg, eine intravenöse von 3 mg führt zur Wiederbelebung auch dann, wenn das Atemzentrum bereits