

### 10. Hexabromidzahl.

Die Hexabromidzahl bezeichnet die nach folgendem Verfahren aus 100 g Fettsäuren gefällte Menge Linolensäurehexabromid, ausgedrückt in Gramm.

**Abscheidung der Fettsäuren.** Etwa 10 g Fett werden mit 120 ccm alkoholischer  $\frac{1}{2}$  n-Kalilauge verseift. Der Alkohol wird abdestilliert<sup>16)</sup>, die Seife in etwa 150 ccm Wasser gelöst und die warme Lösung in einen Scheidetrichter übergeführt.

Die mit 20 ccm 5 n-Schwefelsäure abgeschiedenen Fettsäuren<sup>17)</sup> werden nach Vorschrift I, 5a erschöpfend ausgeäthert (Äthermenge insgesamt 200–300 ccm). Die ätherische Fettsäurelösung wird durch etwa dreistündiges Stehen über entwässertem Natriumsulfat getrocknet und dann in einen gewogenen Rundkolben filtriert. Nun wird der Äther abdestilliert und der Kolben zur Entfernung der letzten Ätherreste unter Evakuieren, noch 15–20 Minuten im Wasserbade von 60–70° erwärmt.

Die abgeschiedenen Fettsäuren, deren Gewicht genau bestimmt wird, werden mit Äther zu genau 100 ccm gelöst.

**Bromierung.** 25 ccm der ätherischen Fettsäurelösung werden in einen gewogenen Erlenmeyerkolben (Inhalt 100 ccm) pipettiert und 10 Minuten auf –10° abgekühlt. Aus einer kleinen Bürette mit feiner Ausflußöffnung<sup>18)</sup> trägt man in folgender Weise allmählich 1 ccm Brom unter ständiger Kühlung ein:

Die Hälfte des Broms wird in einzelnen Tropfen, die man an der Wand des Kölbchens entlang laufen läßt, innerhalb 20 Minuten zugegeben. Der Rest kann in Doppeltropfen innerhalb von 10 Minuten zugefügt werden. Nach jeder Bromzugabe wird gut umgeschüttelt. Das Bromierungsgemisch läßt man zwei Stunden bei einer Temperatur von höchstens –5° stehen.

Man filtriert darauf die Hexabromide durch einen bei 100–110° getrockneten Goochtiegel oder Jenaer Glasfildertiegel<sup>19)</sup> ab, wobei man zunächst vom Niederschlag dekantiert. Mit 5 ccm auf –10° abgekühltem Äther bringt man die Hexabromide aufs Filter und wäscht noch 2 bis 3mal mit je 5 ccm Äther (–10°!) nach, nachdem man mit dem Äther jedesmal zunächst das Kölbchen ausgespült hat. Bei der Filtration ist darauf zu achten, daß der Niederschlag nicht trocken wird, da sonst nicht

<sup>16)</sup> Es ist nicht notwendig, den Alkohol bis auf den letzten Rest zu entfernen.

<sup>17)</sup> Bei Fetten, die Mineralöl oder sonstige ölfremde unverseifbare Stoffe enthalten, wird vor dem Zusatz der Schwefelsäure die Seifenlösung mit etwa 10 ccm leichtsiedendem Petroläther ausgezogen und dann von der petrolätherischen Schicht getrennt.

<sup>18)</sup> Zweckmäßig zieht man ein kurzes, mit Glashahn versehenes Röhrchen an einem Ende ganz spitz aus und schneidet das andere etwa so weit ab, daß es 2 ccm fassen kann. Das Rohr setzt man dann mittels eines eingekerbten Korkens auf das Bromierungskölbchen. Im oberen Rohre bringt man bei 1 ccm eine Marke an.

<sup>19)</sup> An Stelle der Filtration kann man vorteilhaft auch in einem gewogenen Zentrifugenglas zentrifugieren. Den scharf zentrifugierten Niederschlag verteilt man nach Abgießen der ätherischen Lösung mit einem hinreichend starken Draht in 5 ccm kaltem (–10° Äther, zentrifugiert wieder und wäscht in gleicher Weise noch einmal nach. Dann wird der Niederschlag nach nochmaligem Auflockern getrocknet und gewogen. Unmittelbares Trocknen ohne Auflockerung kann zur Folge haben, daß das zusammengepreßte Hexabromid durch den Dampfdruck des Äthers herausgeschleudert wird. Steht nur eine kleinere Zentrifuge zur Verfügung, die nicht 25 ccm faßt, so zentrifugiert man die ganze Menge in 2 oder 3 Portionen im selben Röhrchen oder wendet nur 10 ccm Fettsäurelösung und 0,4 ccm Brom an, verfährt aber sonst in genau der gleichen Weise.

rein weiße Hexabromide erhalten werden. Beim Nachwaschen werden die Hexabromide auf dem Filter mit einem dünnen Glasstäbchen öfter aufgerührt. Endlich saugt man scharf ab und trocknet eine Stunde bei etwa 100°.

Da sich das Bromid schwer völlig aus dem Bromierungskölbchen entfernen läßt, bestimmt man die noch in ihm befindliche Menge durch Zurückwägen nach Trocknen bei etwa 100°.

Das erhaltene Hexabromid muß rein weiß sein, bei 176–178° schmelzen und sich beim Kochen mit der etwa 50fachen Menge Benzol völlig lösen.

Gegeben:

g = Gewicht der abgeschiedenen Fettsäuren

b = Gewicht der erhaltenen Hexabromide.

Berechnet:

$$\text{Hexabromidzahl} = \frac{400 \cdot b}{g} \quad [\text{A. 140.}]$$

## Zur Kenntnis des alten italienischen Geigenholzes.

Von Prof. C. G. SCHWALBE und R. SCHEPP.

Mitteilung aus der Versuchsstation für Holz- und Zellstoffchemie zu Eberswalde.

(Eingeg. am 15./8. 1925.)

Vor einiger Zeit wurde in dieser Zeitschrift<sup>1)</sup> unter dem Titel: „Chemische Untersuchung des Holzes einer alten Amatigeige“ über eine Untersuchung von Geigenhölzern berichtet, bei welcher die chemische Zusammensetzung des Holzes einer alten Amatigeige mit der Zusammensetzung neuzeitlicher italienischer und deutscher Geigenhölzer verglichen wurde. Die chemische Untersuchung ergab damals, daß wesentliche Unterschiede im Gehalt an Lignin, Pentosan usw. nicht zu finden waren. Neben einer etwas größeren Menge Harz war aber auffällig der sehr hohe Aschegehalt des Holzes der alten Amatigeige (1,28%), der weit über den Gehalt der neuzeitlichen Geigenhölzer (zwischen 0,18 und 0,45%) hinausgeht.

In dem erwähnten Aufsatz wurde nun einer alten Legende Erwähnung getan, nach der die Cremoneser Geigenbauer das zum Geigenbau bestimmte Holz monatelang in fließendem Wasser gewässert hätten. Da nun das Geigenholz aus Südtirol bezogen wurde, und die dortigen Flußläufe sehr kalkhaltiges Wasser führen, so lag die Möglichkeit vor, daß durch diese intensive Auslaugung die chemischen und kolloidchemischen Eigenschaften der Hölzer verändert werden.

Wir haben deshalb versucht, durch ein Experiment Aufschluß darüber zu gewinnen, ob Fichtenholz, längere Zeit hindurch in fließendem harten Wasser aufbewahrt, irgendwelche bemerkbaren Veränderungen erfährt. Es bot sich Gelegenheit, in sehr einfacher Weise diese Frage zu prüfen, durch Benutzung des Kühlwasserabflusses eines Wasserdestillationsapparates, der Tag für Tag im hiesigen Institute in Betrieb ist. Das Kühlwasser hat 12° deutsche Härte und kommt mit einer Temperatur von 30° aus dem Kühler heraus. Es ließ sich leicht ein Glasbehälter einbauen, mit welchem das zu untersuchende, in kleine Stücke geschnittene Holz dauernd von dem fließenden Wasser am Tage durchtränkt wurde, während in der Nacht bei Stillstand des Apparates wenigstens das Holz dauernd unter Wasser bleiben mußte. Der Versuch wurde nach 80 Tagen Wasserdurchströmung und 80 Nächten Aufbewahrung unter Wasser abgebrochen. Die Holzstücke zeigten äußerlich einen leicht abwischbaren

<sup>1)</sup> Z. ang. Ch. 38, 346 [1925].

Schlamm von Eisenhydroxyd. Im Inneren war allerdings irgendwelche Eisenablagerung bei der Ascheanalyse nicht zu bemerken. Die Untersuchung ergab nun keinerlei Abnahme der organischen Substanz, denn vor dem Versuch waren angewendet 26,547 g Wasser und aschefreie organische Substanz, nach dem Versuch wurden 26,391 g gefunden; demnach ist die Abweichung so unbedeutend, daß wohl der Schluß berechtigt ist, eine Auslaugung von Holzbestandteilen durch das harte Wasser hat trotz der verhältnismäßig hohen Temperatur von 30° innerhalb des angegebenen Zeitraumes nicht stattgefunden. Interessant ist nun aber, daß das Holz eine sehr erhebliche Aschezunahme zeigt, die durch den aufgenommenen Kalk verursacht wird. Die Aschemenge in dem zum Versuch verwendeten Holz betrug 0,27%. Der Aschewert des Holzes mit 1,16% nach dem Versuch liegt den Werten für Asche des alten Amatigeigenholzes außerordentlich nahe.

Selbstverständlich kann aus dem vorstehenden nicht der Schluß gezogen werden, als ob das Geheimnis der alten Geigenbauer in einer Anreicherung der Holzasche durch Kalk bestanden hätte, denn sicherlich ist auch das kolloidchemische Verhalten des Holzes durch die lange Wässerung erheblich verändert. Es ist ja bekannt genug, wie das Flößholz von einem nicht auf und in dem Wasser transportierten Holz beträchtlich in seinen physikalischen Eigenschaften abweicht. Im Interesse der Geigenbaukunst wäre es sicherlich angezeigt, einen solchen Versuch wie den vorbeschriebenen zu wiederholen und an Geigenholzbrettchen festzustellen, in welcher Weise die Kalkaufnahme und die langdauernde Wässerung die akustischen Eigenschaften der Brettchen beeinflußt hat. Es sind ja Methoden bekannt geworden, welche eine akustische Bewertung der Geigenholzbrettchen gestatten. Durch die Einlagerung von Kalk kann eine Schwellung oder Schrumpfung der Faser und dadurch eine Lockerung des Faserverbandes eingetreten sein. Die in ihrem Verbande etwas gelockerten Fasern können aber ganz anders schwingen als eine Faser, welche eine solche Lockerung nicht gefunden hat. Vielleicht geben vorstehende Zeilen den interessierten Kreisen deshalb Anlaß, die angedeuteten Experimente fortzusetzen. [A. 138.]

## Die Rolle des Bicarbonats in Trockenlöschern.

Von Dr. C. GENTSCH, Berlin.

(Eingeg. 29./7. 1925.)

Unter der Überschrift: „Womit verhütet man Brände am besten?“ bringt K. Haerting in Nr. 29 dieser Ztschr. eine Zusammenstellung der zur Verhütung von Bränden üblichen Handfeuerlöcher unter Aufzählung der mannigfachen Vorzüge des Trockenfeuerlöschers vor dem Naßlöcher. Der Grundgedanke des Trockenlöschers besteht hiernach in der Kombination von Natriumbicarbonat mit einem komprimierten Gas. Zur Erklärung der zweifellos vorhandenen und überraschenden Löschwirkung schreibt K. Haerting auf Seite 630:

„Die große Verdunstungskälte teilt sich nämlich sofort dem Natriumbicarbonatgemisch-Pulver mit, das nun, auf den Brandherd gespritzt, nicht nur auf seine eigene Wirkung der Kohlensäureabspaltung angewiesen ist, sondern darin durch den Kohlensäurestrahl einmal, dann aber noch ganz besonders durch die große Abkühlung unterstützt wird.“

Es ist nicht ganz ersichtlich, wie das Bicarbonat seine „so frappant schnelle, ja schlagartige Branderstickungswirkung“ einerseits durch die große Abkühlung seiner Umgebung, andererseits durch Selbstzersetzung unter Einfluß der Hitze in wenigen Augenblicken gleichzeitig entfalten soll. Nun ist es allerdings die bei Fachleuten herrschende und in der Literatur verbreitete Anschauung, daß aus dem Bicarbonat unter dem Einfluß der Brandhitze sich eine Wolke von Kohlensäure, bzw. von Wasserdampf entwickelt, die den Brand löscht oder löschen hilft. Die nachfolgenden, vor etwa vier Jahren ausgeführten Versuche haben dargetan, daß das wirkende Agens der Trockenlöcher keineswegs die sich aus dem Bicarbonat entwickelnde Kohlensäure ist.

Ein Grove-Löcher mit der gewöhnlichen Bicarbonatdruckluftfüllung wurde auf ein Holzspanfeuer gerichtet, das nach der Löschung den Brandherd bedeckende Pulver sorgfältig gesammelt und analysiert. Es hatte vor der Löschung einen Gehalt von 96,8 %  $\text{NaHCO}_3$ , nach der Löschung einen solchen von 97,0 %, d. h. bei der Löschung hat das Bicarbonat überhaupt keine Spaltung erfahren und Kohlensäure war nicht die löschende Ursache.

Nachdem ein weiterer Versuch erwiesen hatte, daß Druckluft allein ohne jedes Pulver die gewohnte Löschwirkung nicht hatte, wurde der Trockenlöcher statt mit Bicarbonat mit verschiedenen anderen, feinpulvrigen, unverbrennlichen Substanzen, die weder Bicarbonat enthielten, noch Kohlensäure oder andere Gase entwickeln, z. B. Talkum (Speckstein), gebrannter Magnesia u. a. gefüllt und auf die üblichen Versuchsbrandherde von Benzin, Benzin, Teer u. a. gerichtet. Die Ablösung der Brände vollzog sich in derselben überraschenden Weise wie bei Bicarbonatfüllung; obendrein haben die verwendeten Pulver noch den Vorteil, daß sie nicht backen oder sich beim Lagern verändern wie das Bicarbonat.

Als ich den betreffenden Fachleuten die Löschversuche vorführte — die nicht mit Kohlensäure, sondern mit Luft als komprimiertem Gas ausgeführt wurden —, hörte ich von ihnen immer wieder die zweifelnde Frage: „Ist in Ihrem Pulver wirklich kein Bicarbonat enthalten?“

Die Wirkung des Trockenlöschers mag teilweise, wie K. Haerting richtig hervorhebt, auf der Bildung einer abkühlenden Gasnebelzone beruhen — ähnlich wie W. Hempel mit Benzin als Flüssigkeit von  $-15^\circ$  seinen Brand löscht — sie wird aber wesentlich unterstützt durch die Staubnebel, welche das unter dem Druck des Gases aufgewirbelte Löschpulver bildet.

[A. 124.]

## Patentberichte über chemisch-technische Apparate.

### II. Apparate.

#### 3. Elektrotechnische Apparate.

Patent-Treuhand-Gesellschaft für elektrische Glühlampen m. b. H., Berlin. Verfahren zur Herstellung von Elektroden für Wolframbogenlampen, 1. dad. gek., daß aus pulverförmigem Wolframmetall gepreßte Elektrodenkörper vorerst für sich allein vorgesintert und darauf gemeinsam mit je einem Tragstiel aus Wolframdraht durch Erhitzen bis auf hohe Weißglut zusammengesintert werden, wobei erforderlichenfalls vor dem Zusammen-

sintern von Elektrodenkörper und Tragstiel ersterer noch einer mechanischen Nachbearbeitung unterworfen wird. — 2. dad. gek., daß die Sinterung des Elektrodenkörpers und dessen innige Vereinigung mit dem Tragstiel innerhalb eines durch elektrischen Strom auf hohe Weißglut erhitzten Wolframrohres erfolgt. — Die Elektrodenkörper aus pulverförmigem Wolframmetall werden vorerst für sich allein vorgesintert und, wenn nötig, mechanisch nachbearbeitet, worauf derselbe alsdann gemeinsam mit einem Tragstiel aus Wolframdraht durch Erhitzen