

Die Wettersprengstoffe.

Von Dr. PH. NAOÛM, Schlebusch-Manfort.

Vorgetragen auf der Hauptversammlung des Vereins deutscher Chemiker zu Essen 1927.

(Eingeg. am 11. Juni 1927.)

Schon in der Einladung unseres Vorstandes zur diesjährigen Hauptversammlung (nach dem Zentrum des Ruhrkohlenbeckens) wurden Kohle und Eisen als die Faktoren bezeichnet, an die sich unser Interesse besonders heften würde. Es liegt daher nahe, den Stand derjenigen Zweige der chemischen Technik gerade bei der heutigen Tagung einer besonderen Betrachtung zu würdigen, die mit der Gewinnung von Kohle oder Eisen irgendwie verknüpft sind.

Ein solches Teilgebiet der chemischen Technik, welches mit dem Bergbau, zumal mit dem Kohlenbergbau in besonders enger Beziehung steht, stellt ohne Zweifel das Sprengstoffwesen dar.

Die Sprengmittel gehören zum wesentlichen Rüstzeug des Bergmanns. Ihr Charakter, ihre Vollkommenheit sind in doppelter Hinsicht von größter Bedeutung für ihn, einmal insofern sie durch Kräfteleistung und Zuverlässigkeit seine Arbeit in bestmöglicher Weise fördern sollen, ferner indem sie durch ihre besondere Art von dem Bergmann in der Kohlenzeche spezifische Gefahren seines Berufes, die der Schlagwetter- oder Kohlenstaubentzündung, fernhalten sollen.

Als Vertreter des Sondergebietes der Sprengstoffe habe ich es daher als im Rahmen unserer Tagung naheliegende Aufgabe betrachtet, ein Bild von dem heutigen Stande der sogenannten „Wettersprengstoffe“ zu geben.

Diese bei aller Einfachheit ihrer heutigen typischen Struktur doch immerhin recht interessanten technischen Gebilde (es sind keine chemischen Gebilde, sondern durchweg Gemische chemischer Individuen) gehören zu den jüngsten Vertretern der Sprengstofftechnik und blicken auf keine allzu lange Geschichte zurück. In etwa 40 Jahren haben sie sich aus primitiven Anfängen heraus durch manche Stufe zu dem heutigen hohen Grade der Vollkommenheit entwickelt, von dem wir getrost, wenigstens für unsere deutschen Verhältnisse behaupten können, daß bei ordnungsmäßigem Gebrauche der von unseren Bergbehörden zugelassenen Wettersprengstoffe Schlagwetter- oder Kohlenstaubentzündungen, die durch den Charakter der letzteren bedingt sind, nicht mehr zu befürchten sind und nicht mehr vorkommen. (Einzelne Fälle von Grubengasentflammungen, die vor einigen Jahren bei sogenannten Knappschüssen vorkamen, hatten ihre Ursache nicht in einer Unvollkommenheit der betreffenden Wettersprengstoffe, sondern waren nachweislich durch brennbare Teile der elektrischen Zünder verursacht worden. Das Problem, elektrische Zünder ausschließlich aus nicht brennbarem Material zu konstruieren, ist inzwischen gelöst, und damit auch diese Unfallmöglichkeit bei der Schießarbeit beseitigt worden.)

Das Verdienst an der fortschrittlichen Entwicklung der Wettersprengstoffe, besonders in den beiden letzten Jahrzehnten, dürfen Sprengstoffindustrie und prüfende Behörden gemeinsam in Anspruch nehmen, jene vermöge ihres unablässigen Bestrebens der Verbesserung und Vervollkommenung ihrer Produkte und der Erfüllung aller denkbaren Forderungen, diese vermöge der ständigen Verschärfung der Anforderungen und der wissenschaftlichen Vertiefung ihrer Prüfungsmethoden,

beides diktiert vom Bewußtsein der hohen und schweren Verantwortung für Leben und Sicherheit der Bergknappen!

Die heutige Propaganda gegen die Verwendung der Sprengstoffe beim Abbau der Kohle ist daher, es darf dies einmal offen ausgesprochen werden, einseitig und im Hinblick auf die Unfallstatistik des Bergbaues unbegründet, da die Unfälle beim Gebrauch von Sprengstoffen nur einen verschwindenden Prozentsatz der gesamten Unfälle ausmachen. Eine derartige Propaganda kann sich daher hauptsächlich nur auf psychologische Faktoren stützen, die es bewirken, daß sich dahin, wo es knallt, die Aufmerksamkeit besonders konzentriert, zumal dabei meist eine Mehrzahl betroffen wird, und Verletzungen und Tötungen durch Explosionen dem allgemeinen Bewußtsein als besonders schrecklich erscheinen, während andererseits die Öffentlichkeit den weit zahlreicheren und sich täglich wiederholenden tödlichen Unfällen durch Stein- und Kohlenfall keine besondere Beachtung schenkt.

Auf Mängel unserer heutigen Technik der Wettersprengstoffe kann sich eine solche Propaganda jedenfalls nicht stützen, wie ich im folgenden näher darzulegen versuchen werde.

Vor etwa 40 Jahren noch waren Schwarzpulver und Dynamit die einzigen vorhandenen Sprengmittel, deren sich auch der Bergmann in den Kohlengruben zum Sprengen von Kohle und Nebengestein bedienen mußte. Durch diese beiden Sprengmittel werden Schlagwettergemische wie auch aufgewirbelter Kohlenstaub überaus leicht zur Entzündung gebracht. Zur Entzündung von ersteren genügen Bruchteile eines Grammes Schwarzpulver oder wenige Gramm Dynamit, wenn sie unbesetzt im Bohrloch oder gar frei im entzündlichen Gemisch zur Explosion gebracht werden. Auch Kohlenstaubaufwirbelungen ohne Schlagwetterbeimengung werden durch geringe Ladungen von Dynamit oder Schwarzpulver (weniger als 100 g) gezündet, wofern der Schuß aus unbesetztem Bohrloch abgegeben wird.

Wenn auch in der Praxis, wo stets mit Besatz geschossen wird, diese Zündungsgefahr geringer und die zur Zündung nötige Ladung viel größer ist, so hat doch die Sprengarbeit in den Kohlengruben in früheren Zeiten zu zahlreichen Unglücksfällen geführt, die teilweise auf die Entzündung von schlagenden Wettern oder Kohlenstaubaufwirbelungen unmittelbar durch die Wirkung der Sprengschüsse zurückgeführt werden mußten. Besonders gefährlich in diesem Sinne waren die nie ganz zu vermeidenden ausblasenden Schüsse (sogenannte Lochpfeifer), die entstehen, wenn die Wirkung des Sprengstoffs nicht hinreicht, die Vorgabe zu lösen, die Sprenggase also, ohne sich durch Arbeitsleistung entsprechend abgekühlt zu haben, mit hoher Temperatur aus dem Bohrloch ausblasen. Diese Gefahren und die dadurch bedingten Unfälle erhöhten und vermehrten sich in dem Maße, in dem, gleichen Schrittes mit der Entwicklung der Industrie, der Kohlenbergbau an Umfang immer mehr zunahm und in immer größere Tiefen vordrang, in denen die Schlagwetter reichlicher vor-

kamen. Die hieraus sich ergebende Forderung an die Sprengtechnik, Sprengmittel mit höherer Schlagwettersicherheit zu schaffen, führte im Laufe der achtziger Jahre des vorigen Jahrhunderts zur Entwicklung der sogenannten Wettersprengstoffe, die gleichzeitig auf theoretischer und praktischer Grundlage einsetzte. Vorkehrungen, die Sprengarbeit als solche ohne Rücksicht auf die Natur des Sprengstoffes sicher zu machen, z. B. durch Erzeugung von Wasserschleiern, durch besondere Art des Besatzes (Wasserpatronen, Besatz aus kristallwasserhaltigen oder vergasbaren Salzen), der die heißen Explosionsgase abkühlte, hatten bei sachgemäßer Anwendung gewisse Erfolge.

Da ihre Wirkung aber in hohem Maße von der Sorgfalt der Ausführung abhing, konnten sie die Entwicklung der Wettersprengstoffe, die ohne besondere Vorkehrungen schon durch ihre Natur die Wettersicherheit der Schießarbeit verbürgen, nicht aufhalten und solche Sprengstoffe nicht unentbehrlich machen.

Wodurch unterscheidet sich nun ein Wettersprengstoff in seiner chemischen Natur oder sonstigen Eigenart vom gewöhnlichen Dynamit oder anderen Gesteinssprengstoffen, denen diese Eigenschaft der Wettersicherheit nicht zukommt? Welche Faktoren sind für die Schlagwetter- und Kohlenstaubsicherheit der Sprengmittel von ausschlaggebender Bedeutung?

Um die Eigenart der Wettersprengstoffe zu verstehen, muß man sich zunächst darüber Rechenschaft geben, wie eine Schlagwetterexplosion oder Kohlenstaubzündung aus Anlaß eines Sprengschusses entstehen kann. Bekanntlich bildet Luft, die 5–14% Grubengas (Methan) enthält, mit diesem ein entzündliches Gemisch, dessen Entzündungstemperatur bei etwa 650° liegt, das also durch einen Funken oder eine Flamme zur Entzündung oder Explosion gebracht werden kann. Bei der Explosion der Sprengstoffe entstehen nun durch die chemische Umsetzung sehr hohe Temperaturen, durchweg über 1000°, so daß also jede Schußflamme eines explodierenden Sprengstoffes ein in der Nähe befindliches Gemisch von Grubengas und Luft entzünden müßte. Nun erfordert aber diese Entzündung eine gewisse Dauer der Einwirkung, mit anderen Worten, es tritt eine gewisse Verzögerung ein, die bei 650° ca. 10 Sekunden, bei 1000° etwa 1 Sekunde beträgt und bei ca. 2200° nicht mehr meßbar ist. Andererseits ist die Explosion eines brisanten Sprengstoffes ein Vorgang von äußerst kurzer Dauer, der nur einen kleinen Bruchteil einer Sekunde währt. Die hohe Temperatur der Explosionsflamme bleibt deshalb nur ganz kurze Zeit erhalten, dann tritt sofort durch Ausdehnung und Arbeitsleistung der Explosionsgase deren Abkühlung ein. Hier liegt der Grund, warum Schwarzpulver mit seiner verhältnismäßig langsamen chemischen Umsetzung und langen Flammendauer Grubengasluftgemische stets zündet. Andererseits liegt die Explosionstemperatur z. B. von Dynamit so hoch (über 3000°), daß es trotz der kurzen Explosionsdauer Schlagwettergemische ebenfalls zündet, da, wie erwähnt, bei so hohen Temperaturen keine noch so geringe Verzögerung der Zündung mehr stattfindet.

Hieraus ergibt sich, daß man Wettersprengstoffe chemisch so aufbauen muß, daß sie bei der Umsetzung eine möglichst niedrige Explosionstemperatur liefern, bei der eine gewisse Verzögerung der Zündung noch wirksam werden kann, daß ferner der chemische Vorgang möglichst rasch verlaufen muß, so daß die Dauer der Explosionsflamme eine möglichst kurze ist. Die Flammentemperatur kann man nun niedrig halten, indem man erstens von solchen Sprengstofftypen ausgeht,

die an sich relativ niedrige Explosionstemperaturen haben, wie z. B. Ammonsalpetersprengstoffe, und indem man zweitens den Sprengstoffen solche chemischen Stoffe zusetzt, die ohne an der chemischen Umsetzung teilzunehmen, durch Verdampfung oder Zersetzung Wärme verschlucken und hierdurch die Explosionstemperatur herabsetzen.

Aber auch noch andere Faktoren, die weniger den chemischen Charakter des Sprengstoffes als seine Anwendungsart betreffen, sind auf die Flammentemperatur von Einfluß, z. B. die Begrenzung der Lademenge, da eine geringere Masse heißer Gase sich naturgemäß schneller auf einen gewissen Punkt abkühlt, als eine größere, ferner guter Besatz und eine derartige sachgemäße Anlage des Schusses, die bewirken, daß die Explosionswärme schon im Bohrloch möglichst vollständig in Arbeit umgewandelt wird, so daß die Explosionsgase schon in stark abgekühltem Zustande ins Freie treten.

Eine Begriffsbestimmung der Wettersprengstoffe aber, die lediglich von der theoretischen Explosionstemperatur bzw. der Flammentemperatur und der Flammendauer ausgehen wollte, würde einseitig sein. Es sind auch noch andere Faktoren für das Zustandekommen einer Schlagwetterzündung von großer Bedeutung. Durch den beim Schuß entwickelten Gasdruck wird das vor Ort etwa vorhandene Grubengasluftgemisch plötzlich stark zusammengeedrückt. Bei der Kompression eines Gases aber erwärmt es sich stark. Es dürfen also auch diejenigen Größen, die den Explosionsdruck des Sprengstoffes erhöhen, wie seine Dichte, Detonationsgeschwindigkeit und die entwickelte Gasmenge und Gesamtenergie, d. h. seine gesamte Wirkungsgröße, ein gewisses Maß nicht überschreiten, wenn eine hohe Wettersicherheit erreicht werden soll.

Wie für die Schlagwettersicherheit eines Sprengstoffes gilt dasselbe auch für Kohlenstaubsicherheit. Immerhin hat für diese die Brisanz bzw. der Explosionsdruck die geringere Bedeutung. Dagegen ist die Explosionstemperatur und die Flammendauer der Sprengstoffe für deren Kohlenstaubsicherheit von besonderer Wichtigkeit. Daher kommt es, daß z. B. Dynamit mit seiner hohen Explosionstemperatur gegen Kohlenstaub ebenso gefährlich ist wie gegen Grubengas, während die typischen Ammonsalpetersprengstoffe mit ihrer niedrigen Explosionstemperatur und geringen Flammenentwicklung meist eine recht gute Kohlenstaubsicherheit besitzen, und zwar auch noch bei einer Brisanzentfaltung, die sie gegen Grubengas bereits wenig sicher macht. Ungünstig auf die Kohlenstaubsicherheit wirkt unter Umständen auch ein Gehalt der Sprengstoffe an Kali- oder Natronsalpeter, da der Salpeter seinen Sauerstoff langsam abgibt und somit die Flammendauer verlängert.

Die Verschiedenartigkeit und große Zahl der Faktoren, welche die Sicherheit beeinflussen und sich nur teilweise gegenseitig ausgleichen, läßt ohne weiteres die Schwierigkeit erkennen, auf dem Wege der Theorie und Berechnung Charakter und Maß der Sicherheit eines Sprengstoffes oder einer ganzen Sprengstoffgattung vorauszubestimmen. Man ging daher sehr bald in allen Kohlenbergbau treibenden Staaten dazu über, in teils staatlichen, teils durch private Vereinigungen unterhaltenen Versuchsstrecken die als schlagwetter- und kohlenstaubsicher empfohlenen Sprengstoffmischungen praktisch zu erproben,

wobei man in künstlichen Versuchsstollen einen Teil durch eine Papierscheidewand als sog. Explosionskammer abtrennte, in der man künstliche Gemische aus Grubengas und Luft oder Kohlenstaubaufwirbelungen oder beides zugleich erzeugte. In diese Gemische wird alsdann aus dem Bohrloch eines Stahlmörser der zu erprobende Sprengstoff abgefeuert, wobei man durch Abstufung der Lademenge diejenige Ladung ermittelt, die gerade noch genügt, das entzündliche Gemisch zu entflammen, was durch Schauenfenster aus starkem Glas beobachtet wird. Die nächstniedrige Ladung wird als Grenzladung bezeichnet, mit der der Sprengstoff eben noch sicher ist. Man wählt hierbei bewußt die ungünstigsten Bedingungen; ungünstigere, als sie beim praktischen Gebrauch des Sprengstoffs in der Grube nachher in der Regel vorhanden sind, indem man ohne Besatz und ohne Abkühlung der Gase durch Arbeitsleistung den Sprengstoff auf die entzündlichen Gemische wirken läßt.

Man schaltet so noch einen besonderen Sicherheitsfaktor ein und kann auch bei Unregelmäßigkeiten der Schießarbeit, z. B. bei ohne Arbeitsleistung ausblasenden Schüssen oder beim Austreten der ungekühlten Gase durch klüftiges Gestein, noch Sicherheit erwarten. Auf der anderen Seite ist es vielfach üblich, infolge dieser besonders scharfen Prüfung beim praktischen Gebrauch einen gewissen Zuschlag auf die in der Versuchsstrecke gefundene Grenzladung zu gestatten. So suchte man die größtmögliche Sicherheit des Bergbaues zu erreichen und hat es heute tatsächlich dahin gebracht, daß trotz riesenhaften Verbrauchs an schlagwettersicheren Sprengstoffen, der allein im deutschen Ruhrbergbau mehrere Millionen Kilo im Jahr beträgt, Schlagwetter- oder Kohlenstaubexplosionen, die als nachweisbare Ursachen den ordnungsmäßigen Gebrauch der zugelassenen Wettersprengstoffe haben, überhaupt nicht mehr vorkommen, während andererseits die Arbeitsfähigkeit dieser Sprengstoffe sich als ausreichend erwiesen hat. Dies geschah ohne eigentliche scharfe theoretische Umgrenzung des Begriffes „Wettersprengstoff“, der zu verschiedenen Zeiten und in verschiedenen Ländern verschieden gehandhabt worden ist. Jedenfalls läßt sich über diese Begriffsbestimmung nach inländischer Auffassung so viel sagen, daß Wettersprengstoffe solche sind, bei denen ein Vielfaches der Ladung, bei der Dynamit und Schwarzpulver Grubengas und Kohlenstaub zünden, keine Zündung hervorruft, und zwar unter Verhältnissen, die an sich viel leichter zur Zündung führen als die der praktischen Anwendung des Sprengstoffes.

In der deutschen Praxis hat sich als Regel herausgebildet, daß Sprengstoffe, die nicht mit mindestens 500 g die Prüfung bestanden haben, sich nicht als Sicherheitssprengstoffe in die Praxis einführen lassen. (Die mit der neuen preußischen Bergbaupolizeiverordnung vom 25. Januar 1923 veröffentlichte erste Bergbauliste der Sprengstoffe, die alle zugelassenen Wettersprengstoffe mit Namen, Firma und chemischer Zusammensetzung aufführt, legt für jeden das Höchstmaß der im Grubenbetrieb zulässigen Lademenge fest, wobei es sich um eine solche von 600–800 g handelt, während die betr. Sprengstoffe in der Versuchsstrecke Sicherheiten von 400–700 g ergeben haben.) Als mustergültig gilt und maßgebend für den preußischen Bergbau ist zurzeit die Versuchsstreckenanlage der Berggewerkschaftskasse in Derne bei Dort-

mund¹⁾. Die Sprengstoffindustrie hat ihre eigenen Versuchsanlagen dieser Anstalt angepaßt und ebenso deren Prüfungsmethoden angenommen.

Wesentlich ist der Querschnitt der Strecke, der elliptisch ist und durch eine Höhe von 183 cm und eine Breite von 132 cm bestimmt wird. Der von einer gewissen Sprengstoffladung in der Explosionskammer erzeugte Druck ist naturgemäß mit von deren Querschnitt abhängig, weshalb bei den von manchen Sprengstofffabriken zu Studienzwecken verwendeten kleineren Streckenmodellen entsprechend kleinere Sprengstoffmengen aus kleineren Stahlmörsern abgefeuert werden. Die so erhaltenen Sicherheitsgrenzen haben dann nur Vergleichswert und es ist für ihre Bewertung im Hinblick auf den praktischen Gebrauch des betreffenden Sprengstoffs die gleichzeitig ermittelte Sicherheitsgrenze eines bekannten Sicherheitssprengstoffs zum Vergleich heranzuziehen.

Ähnliches gilt, wenn aus Mangel an natürlichem Grubengas entzündliche Gemische aus Luft und anderen Gasen oder Dämpfen, wie Leuchtgas, Benzindampf, Petrolätherdampf, zur Prüfung verwendet werden. Auch hier müssen die erhaltenen Werte stets mit denen bereits bekannter Wettersprengstoffe verglichen werden.

Das für die einzelne Prüfung eines bestimmten Sprengstoffs verwendete zündgefährlichste Gemisch hängt aber auch mit von den Explosionsprodukten, also von der chemischen Zusammensetzung des betr. Sprengstoffes ab. Liefert der Sprengstoff bei der Explosion überschüssigen freien Sauerstoff, so liegt die Grenze größter Zündempfindlichkeit des Gasgemisches bei einem höheren Methangehalt als bei Sprengstoffen mit unvollkommener Verbrennung, deren Schwaden Kohlenoxyd liefern, das sich beim Schuß mit dem explosiven Gasgemisch mindestens teilweise mischt und so den für die Fortpflanzung einer Schlagwetterexplosion nötigen Sauerstoffgehalt im umgekehrten Sinne verschiebt. Bei brennbaren Schwaden kann also ein zu hoch bemessener Methangehalt des Versuchsgemisches eine höhere Sicherheit vortäuschen, als sie unter ungünstigen Umständen tatsächlich vorhanden ist, während bei sauerstoffreichen Schwaden ein entsprechend erhöhter Methangehalt erst den ungünstigsten, d. h. zündgefährlichsten Fall darstellt. Bei einer scharfen Prüfung sucht man also für jeden Sprengstoff das gefährlichste Methanluftgemisch, um den in der Praxis denkbaren ungünstigsten Fall zu konstruieren. Die ungenügende Beachtung dieser Verhältnisse hatte in früherer Zeit dazu geführt, daß man auf den deutschen Versuchsstrecken ziemlich allgemein die Prüfungen der Sprengstoffe in der Weise vornahm, daß man gegen ein Grubengasluftgemisch von etwa 8–9% Methangehalt schoß, in dem zugleich Kohlenstaub aufgewirbelt war, und so in primitiver Weise die Verhältnisse der Grube bei gleichzeitiger Anwesenheit von Schlagwettern und Kohlenstaub nachzuahmen suchte. Da nun außerdem zu jener Zeit die meisten in Deutschland geprüften Wettersprengstoffe auf unvollkommener Verbrennung aufgebaut waren und brennbare Explosionsschwaden lieferten, kamen Explosionsflamme und Explosionsdruck in einem relativ sauerstoffarmen Gemisch zur Wirkung, das bei weitem nicht das zündgefährlichste darstellte.

Beyling, der Leiter der damals in Gelsenkirchen, jetzt in Derne bei Dortmund befindlichen berggewerkschaftlichen Versuchsstrecke, deckte diese Ver-

¹⁾ vgl.: „Die Versuchsstreckenanlage in Derne“ von Beyling und Zix, „Glückauf“ 1913, S. 433.

hältnisse durch 1907–1908 vorgenommene grundlegende Prüfungen von größter Wichtigkeit auf²⁾ und zeigte, daß den allermeisten der damals gebräuchlichen Wettersprengstoffe eine nur recht geringe Sicherheit gegen Schlagwetter unter der allgemein üblichen Versuchsanordnung zukam, wofern man sie gegen Grubengas-Luftgemisch allein ohne Kohlenstaub schoß, während sie andererseits gegen Kohlenstaub allein geschossen relativ sicher blieben. Diese getrennte Prüfungsweise ist darauf in Deutschland allgemein angenommen worden und wurde einige Zeit später auch in England eingeführt, wo man anfänglich sogar mit Besatz geprüft hatte, in neuerer Zeit aber die schärfere deutsche Methode adoptierte. Diese Verschärfung der Prüfung brachte zunächst erhebliche Unruhe in die Verbraucher- und Erzeugerkreise, sehr bald aber lernte man Sprengstoffe aufbauen, die auch unter den geänderten Bedingungen hohe Sicherheitsgrenzen ergaben, wenn auch diese höhere Sicherheit ganz allgemein mit einer nicht unwesentlichen Verminderung der Kraftleistung der Sprengstoffe erkauft werden mußte.

Die getrennte Prüfung entspricht offenbar besser den beim praktischen Bergbaubetriebe möglichen Umständen, da Grubengasansammlungen sehr wohl auftreten können, wo kein Kohlenstaub vorhanden ist, z. B. bei der Arbeit im Nebengestein, oder dieser doch infolge der Berieselung feucht ist und nicht ohne weiteres aufgewirbelt wird. Andererseits kann Kohlenstaubgefahr vorhanden sein, oder beim Schießen in der Kohle Kohlenstaubaufwirbelung durch den Sprengschuß entstehen, wo keine schlagenden Wetter vorkommen. Ähnlich scharf und durchdacht ist die Prüfung der Sprengstoffe auf ihre Kohlenstaubsicherheit, bei der man bestrebt ist, den entzündlichsten Kohlenstaub zu verwenden, und zwar stets möglichst frisch gemahlten feinen Fettkohlenstaub, da er bei längerer Lagerung entgast und weniger empfindlich wird. Im allgemeinen liegt die Sicherheitsgrenze gegenüber Kohlenstaublufgemischen bei einer höheren Ladung als gegenüber Kohlenstaublufgemischen bei einer höheren Ladung als gegenüber Grubengasluftgemischen, wenn nicht besondere für die Kohlenstaubzündung günstige Verhältnisse vorliegen, die meist in chemischen Eigentümlichkeiten der betr. Sprengstoffmischungen bestehen und ihre Flammendauer verlängern. Trotz dieser höheren Kohlenstaubsicherheit der meisten gebräuchlichen Sicherheitssprengstoffe gegenüber ihrer Wettersicherheit wird gerade der Kohlenstaubprüfung in jüngster Zeit verschärfte Aufmerksamkeit gewidmet. Die Prüfungsstellen gehen hierbei von der Erwägung aus, daß die Kohlenstaubgefahr im Bergbau gegenüber der Schlagwettergefahr die häufigere und größere ist. Schlagwetteransammlungen lassen sich mit den modernen Einrichtungen der Wetterführung fast immer rechtzeitig entfernen. Dagegen ist Kohlenstaub immer und überall vorhanden und wird bei jedem Sprengschuß in der Kohle von neuem aufgewirbelt. Das Bestreben geht daher dahin, einen neuen Sprengstoff nur dann als völlig einwandfrei zu betrachten, wenn er nicht nur mit einer hohen Ladung gegen Kohlenstaub sicher ist, sondern wenn er auch mit der höchsten in der Versuchsstrecke anwendbaren Ladung Kohlenstaub nicht zündet. Eine weitere Verschärfung der oben geschilderten Prüfungsmethoden gegen Kohlenstaub ist seit einiger Zeit insofern üblich geworden, als man außer dem in der

Explosionskammer gestreuten und aufgewirbelten Kohlenstaub noch gewisse Mengen davon in das Bohrloch des Schießmörser unmittebar vor die Sprengstoffladung bringt, so daß er von der Explosionsflamme direkt erfaßt wird. Man will hiermit auch den etwaigen ungünstigen Fall der Praxis erfassen, daß Bohrlöcher entgegen der Vorschrift vor dem Laden und Besetzen nicht genügend gereinigt und von Kohlenstaub befreit werden. Auch waren vor Jahren gewisse Sprengstoffe zeitweilig im Gebrauch, die, in gewöhnlicher Weise geprüft, eine genügend hohe Kohlenstaubsicherheit besaßen, bei Anwesenheit von Kohlenstaub im Bohrloch dagegen schon mit geringen Ladungen zündeten. Diese Sprengstoffe sind natürlich abgeschafft worden.

Chemischer Aufbau und Eigenschaften der Wettersprengstoffe.

Der Betrachtung des chemischen Aufbaues der heutigen Wettersprengstoffe muß vorausgeschickt werden, daß man jede Kategorie der brisanten Sprengmittel unter entsprechender Abstufung der Brisanz durch Ausschaltung gewisser und Zusatz anderer Bestandteile wettersicher gestalten kann. Man kennt daher nach ihren wesentlichen Bestandteilen bezeichnet wettersichere Nitroglycerinsprengstoffe wie auch wettersichere Ammonsalpeter-Chlorat- und Perchloratsprengstoffe. Während wettersichere Chloratsprengstoffe nur in der Zeit des Weltkrieges aus Gründen des damals herrschenden Salpeter- und Glycerinmangels vorübergehend gebraucht und wegen ihrer intensiven Flammenbildung stets mit Mißtrauen betrachtet wurden, und auch Perchloratsprengstoffe nur kurze Zeit im Verkehr waren, spielen die wettersicheren Ammonsalpetersprengstoffe die Hauptrolle bei der Sprengarbeit in der Kohle selbst. Daneben haben aber die wettersicheren Nitroglycerinsprengstoffe von jeher einen wichtigen Platz eingenommen, den sie vermöge ihrer höheren Brisanz besonders beim Sprengen des Nebengesteins bis in die Gegenwart behauptet haben.

Die ersten Wettersprengstoffe bestanden einfach aus Gurdynamit mit einem Gehalt von 35–45% an kristallwasserreichen Salzen, deren Kristallwasser bei der Explosion verdampfte und die Explosionsgase abkühlte. Sie wurden von Emil Müller und Gustav Aufschläger eingeführt und in einigen Ländern lange Zeit gebraucht. Neben geringer Kraftleistung bildete die Verwitterung der betr. Salze ihren wesentlichen Mangel. Eine andere Form abgeschwächter pulverförmiger Dynamite, die längere Zeit das Feld behauptete, stellten die sog. Carbonite der Carbonitfabrik Schlebusch dar, die etwa 25–30% Nitroglycerin, 30–35% Salpeter und 35–40% Mehle enthielten. Sie hatten den Nachteil, bei der Explosion große Mengen des giftigen und brennbaren Kohlenoxyds zu liefern. Von gelatinierten Carboniten, die noch relativ wenig plastisch und mehr krümelig waren, führte alsdann der Weg zu den eigentlichen wettersicheren Gelatinedynamiten, in denen zunächst der Kali- und Natronsalpeter durch den wirksameren Ammonsalpeter ersetzt wurde, so daß man hierdurch eine höhere Kraftentfaltung erzielte. Zugleich wurden die voluminösen Kohlenstoffträger vermindert und zur Abschwächung der Brisanz und Herabsetzung der Explosionstemperatur wachsende Mengen von Chloriden, und zwar anfangs Salmiak (Ammonchlorid), später besonders Chlorkalium und Chlornatrium zugesetzt³⁾. Nicht nur das Ammonchlorid,

²⁾ Versuche mit Sicherheitssprengstoffen, „Glückauf“ 1908, S. 1717 ff.

³⁾ Brit. Patent 13 531 (1903).

sondern auch die Alkalichloride gelangen bei den Temperaturen der explosiven Umsetzung zur Verdampfung, und zwar um so vollständiger, je geringer ihre Korngröße ist, d. h. je feiner gemahlen sie zur Verwendung gelangen. Ihre Verdampfung setzt naturgemäß die Explosionstemperatur herab. In der Folge haben sich die Alkalichloride als das wirksamste und zugleich wirtschaftlichste Mittel zur Erzielung einer hohen Wettersicherheit bei allen Kategorien der wettersicheren Sprengmittel erwiesen. Ein wichtiger Schritt bei der Ausgestaltung der wettersicheren Nitroglycerinsprengstoffe war ihre Anpassung in Form, Dichte und Plastizität an die eigentlichen Gelatinedynamite. Bestimmte Zusätze machten die Sprengstoffe plastischer, geschmeidiger und erleichterten auch bei geringem Nitroglyceringehalt ihre maschinelle Patronierbarkeit.

Drei Grundtypen von Wettersprengstoffen hatten sich bereits in den Jahren vor Beginn des Weltkrieges herausgebildet, die sich bis heute in ihren Grundzügen erhalten haben, mit dem wesentlichen und einen großen Fortschritt darstellenden Unterschied allerdings, daß man inzwischen gelernt hat, alle Sprengstoffe für den Untertagebau, und zwar auch alle Wettersprengstoffe stets nur auf vollkommener Verbrennung bzw. mit Sauerstoffüberschuß aufzubauen, so daß die Schwaden kohlenoxydfrei waren, eine Regel, die inzwischen gesetzlich verankert worden ist⁴⁾. Die durch die vollkommene Verbrennung der Zusatzstoffe bedingte relativ hohe Explosionstemperatur mußte durch deren entsprechende Verminderung und Erhöhung des Gehaltes an den die Explosionstemperatur und Gesamtkraftleistung herabsetzenden Salzen ausgeglichen werden. Sicherheit mit den höchsten Lademengen zeigten so immer nur Sprengstoffe von mäßigem Energiegehalt.

Die erwähnten Grundtypen sind folgende:

1. Die plastischen bzw. gelatinösen Sprengstoffe, die sich in Form, Dichte und Plastizität an die eigentlichen Gelatinedynamite anlehnen. Das Grundschemata ihrer Zusammensetzung ist etwa: 30% Nitroglyceringelatine, 30% Ammonsalpeter, 40% Alkalichlorid, worin kleinere Zusätze von Holzmehl, aromatischen Nitrokörpern und sog. Verlängerungsmitteln für die Gelatine, z. B. gesättigte Kalksalpeterlösung, enthalten sind.

Diese Sprengstoffe dienen vornehmlich zu Gesteinsarbeiten. Ihre Bleiblockausbauchung (bekanntlich proportional der spezifischen Energie) geht nicht über 200–220 ccm hinaus, während Dynamit 1 eine Ausbauchung von 390–400 ccm ergibt.

2. Die sog. halbplastischen Sprengstoffe, die hinsichtlich Dichte und Brisanz zwischen dem ersten Typ und den rein pulverförmigen Sprengstoffen stehen. Sie enthalten 12% schwach gelatinisiertes Nitroglycerin und sonst dieselben Komponenten wie Typ 1, d. h. etwa 12% Nitroglycerin, 3–5% Kohlenstoffträger, 50–57% Ammonsalpeter, 27–35% Alkalichlorid.

3. Die pulverförmigen Ammonsalpetersprengstoffe.

Sie enthalten Ammonsalpeter als Hauptbestandteil und zerfallen wiederum in zwei Untergruppen, von denen die eine sich durch hohen Gehalt an Ammonsalpeter und geringen Gehalt an Kohlenstoffträgern, wie Nitrokörpern und Holzmehl, sowie geringen Gehalt an Alkalichlorid, meist Chlorkalium, auszeichnet. Wesentliche Merkmale dieser Sprengstoffkategorie, deren bekanntester Vertreter das seit etwa zehn Jahren in un-

geheuren Mengen verbrauchte Wetterdetonit A ist, sind hoher Sauerstoffüberschuß, niedrige Explosionstemperatur, geringe Dichte, weshalb sie sich vor allem zum Schießen in der Kohle und Erzielung eines günstigen Stückkohlenfalles eignet.

Die andere Untergruppe enthält weniger Ammonsalpeter, der durch höheren Gehalt an Nitrokörpern besser ausgenutzt wird, und entsprechend mehr Alkalichlorid, also etwa

	1. Gruppe	2. Gruppe
Ammonsalpeter	80%	65%
Alkalichlorid	12%	23%
Kohlenstoffträger	4%	8%
Nitroglycerin	4%	4%

Natürlich existieren auch Übergänge zwischen beiden Typen. Gemeinsam ist allen Wetter-Ammonsprengstoffen der durch Bergbaupolizeiverordnung vorgeschriebene Gehalt an 4% Nitroglycerin, der die Sensibilität der Detonationserregung und Übertragungsfähigkeit der Sprengstoffe auch dann noch sichert, wenn sie durch längere Lagerung etwas Feuchtigkeit angezogen haben. Hier liegt ein wesentlicher Vorteil gegenüber z. B. den französischen Monopolsprengstoffen gleicher Kategorie vor, die mangels dieses Nitroglycerinzusatzes leichtem Verderb ausgesetzt sind. Die Bleiblockausbauchung des zweiten Typs geht im allgemeinen nicht über 230 ccm und die des dritten Typs nicht über 240 ccm hinaus. Es ist noch nicht gelungen, durch chemische Zusätze irgendwelcher Art Wettersprengstoffe von höherer spezifischer Energie aufzubauen, ohne daß die Wettersicherheit, d. h. die nach unserer üblichen Methode in der Versuchsstrecke ermittelte Sicherheitsgrenze oder Grenzladung sprunghaft abfällt. Die vom preußischen Grubensicherheitsamt herausgegebene Liste der Bergbausprengstoffe⁵⁾ zählt die einzelnen Sprengstoffe mit Namen, genauer chemischer Zusammensetzung, herstellender Firma und zulässiger Höchstlademenge nach obigen drei Typen geordnet auf. Eine Gegenüberstellung der charakteristischen sprengtechnischen Daten von Gesteinssprengstoffen einerseits und Wettersprengstoffen verwandter Kategorie andererseits läßt am besten das Wesen des typischen Wettersprengstoffs und seinen Unterschied vom hochbrisanten Gesteinssprengstoff erkennen.

Die folgenden Beispiele betreffen besonders vielbenutzte Sprengstoffe:

	Ammonit 1	Wetterdetonit A
Bleiblockausbauchung (10 g)	390 ccm	235 ccm (60%)
Bleiblockstauchung (100 g)	16 mm	10 mm
Detonationsgeschwindigkeit	5150 m per Sek.	3500 m per Sek.
Sauerstoffüberschuß	2,5%	10,9%
Dichte	1,10	1,04
Explosionswärme	939 Kal.	559 Kal.
Explosionstemperatur	2150°	1540°
Spezifischer Gasdruck	8260 kg/cm ²	5820 kg/cm ² (70%)
Brisanzwert	46 500	21 000

Ähnlich ist das Bild, wenn man einen typischen gelatinösen Wettersprengstoff mit Gelatinedynamit vergleicht:

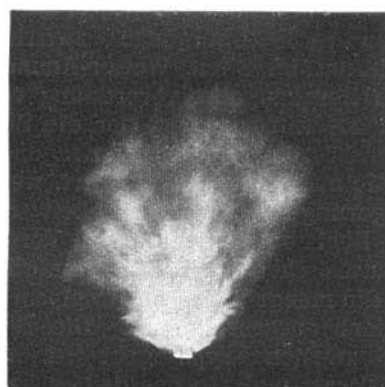
	Dynamit 1	Wetternobelit A
Bleiblockausbauchung (10 g)	385 ccm	215 ccm (56%)
Bleiblockstauchung (100 g)	20 mm	14,6 mm
Detonationsgeschwindigkeit	6600 m per Sek.	6200 m per Sek.
Sauerstoffüberschuß	4,7%	4,2%
Dichte	1,60	1,65
Explosionswärme	1180 Kal.	624 Kal.
Explosionstemperatur	2950°	1930°
Spezifischer Gasdruck	7420 kg/cm ²	4630 kg/cm ² (62%)
Brisanzwert	78 000	47 500

⁵⁾ s. „Das Sprengstoffwesen im preußischen Bergbau“; amtliche Textausgabe des Grubensicherheitsamtes, Verlag von Carl Heymann, Berlin.

⁴⁾ Preuss. Polizeiverordnung vom 25. 1. 1923, §§ 8 u. 18, s. „Reichsanzeiger“ 1923, Nr. 41, erste Beilage.

Charakteristisch für die Wettersprengstoffe ist also ihre gegenüber den hochbrisanten Gesteinssprengstoffen stets stark verminderte Brisanz und verringerte spezifische Energie, die sich vor allem in der kleinen Bleiblockzahl ausdrückt, die geringe Explosionswärme und die niedrige Explosionstemperatur, die sich in den meisten Fällen unter 2000° hält oder 2000° doch nur ganz unwesentlich überschreitet. Bei dieser Gegenüberstellung ist zu beachten, daß bei der rechnerischen Ermittlung der Explosionstemperatur und damit des spezifischen Gasdrucks der Wettersprengstoffe die zur

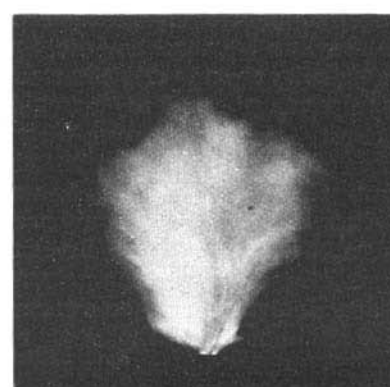
Methode, Explosionstemperaturen direkt zu messen, ist bislang noch nicht bekannt geworden. Sehr anschaulich als Belege für Flammenintensität und schließlich auch zur Schätzung und zum Vergleich der bei der Explosion erreichten Temperaturen wirken Lichtbilder der Explosionsflammen, die man erhält, wenn man gleiche Mengen der betr. Sprengstoffe (z. B. je 100 g) im Dunkeln aus einem Stahlmörser abschießt und den Lichtblitz von der photographischen Platte festhalten läßt. Die einzigen Flammen der Wettersprengstoffe machen deren niedrige Explosions-



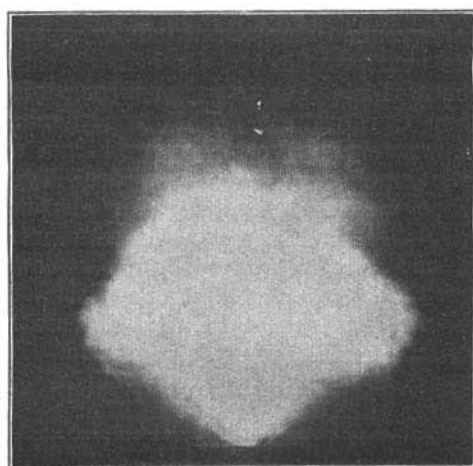
Dynamit 1.



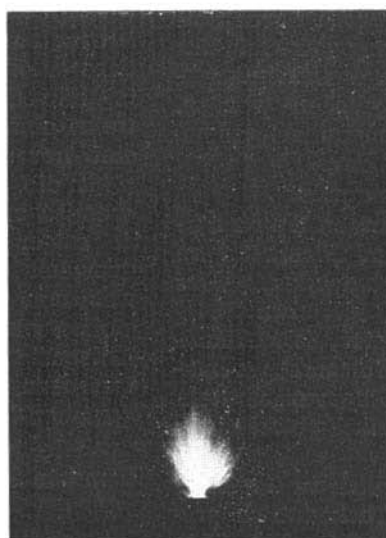
Ammonit 1 (Astralit).



Chloratit 1.



Perchloratit 1.



Wetter-Astralit A.



Wetter-Detonit A.



Wetter-Nobelit A.

Verdampfung der Alkalichloride nötige Wärmemenge nicht berücksichtigt wurde, teils weil ihre Verdampfungswärmen nicht genau bekannt sind, teils weil es unsicher ist, ein wie hoher Anteil der Chloride bei der Explosion tatsächlich verdampft. Dieser Anteil dürfte unter anderem auch von ihrer jeweiligen Korngröße abhängen. In Wirklichkeit bleibt die bei der Explosion der Wettersprengstoffe erreichte Höchsttemperatur jedenfalls noch unter den berechneten zurück. Eine zuverlässige

temperaturen sehr anschaulich, während sich die hohe Explosionstemperatur, besonders z. B. der Chloratsprengstoffe, durch intensive Flammenbilder kundgibt.

Aus der geringeren Größe und Intensität der Flammen kann ferner auf die bedeutend höhere Sicherheit der deutschen gegenüber den entsprechenden französischen Wettersprengstoffen geschlossen werden, die uns eine vergleichende Prüfung in der Versuchsstrecke vollauf bestätigt hat.

Unserem Wetterdetonit A entspricht etwa das französische Grisounaphtalite couche als Flözsprengstoff, bestehend aus 95% Ammonsalpeter und 5% Trinitronaphthalin, unserm Wetterastralit A das Grisoudynamite couche aus 87,5% Ammonsalpeter und 12,5% gel. Nitroglycerin und unseren Wetternobeliten als plastischen Sprengstoffen für das Nebengestein das Grisoudynamite roche II mit 70% Ammonsalpeter und 30% gel. Nitroglycerin. Keiner dieser französischen Wettersprengstoffe enthält Alkalichlorid. Alle haben wesent-

lich höhere spezifische Drucke als unsere Wettersprengstoffe und erfüllen lediglich die alte, zuerst in Frankreich aufgestellte Forderung, daß die Explosionstemperatur der Flözsprengstoffe 1500° und die der Sprengstoffe für Nebengesteinsarbeiten 1900° nicht überschreiten soll, ein Postulat, von dem anfänglich die Theorie der Wettersprengstoffe ausging und das heute längst als einseitig erkannt ist. Diese niedrige Explosionstemperatur wird lediglich durch eine äußerst unvollkommene Ausnutzung des freien Sauerstoffs des Ammonsalpeters erzielt. Dies und die Benutzung der

	Flammendauer	
Grisoutolite couche	0,75 Milli. Sek.	
Wetterastralit A	0,60 "	
Grisou-dynamite couche . .	1,27 "	} ausgeprägte Sekundärreaktionen
Wetternobelit A	0,60 "	
Wetternobelit B	0,80 "	
Grisou-dynamite roche 2 . .	1,40 "	Sekundärreaktionen
Ammonit 1 (nicht wettersicher)	1,20 "	

Die Flammenzeiten der französischen Wettersprengstoffe sind also doppelt so hoch wie die der



Grisounaphtalite couche.



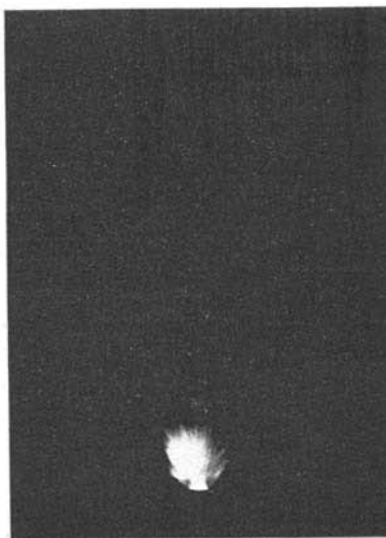
Grisounaphtalite roche.



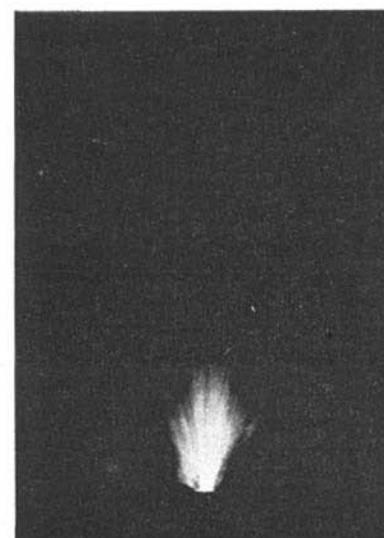
Grisoudynamite couche.



Grisoudynamite roche II.



Wetter-Detonit A.



Wetter-Nobelit A.

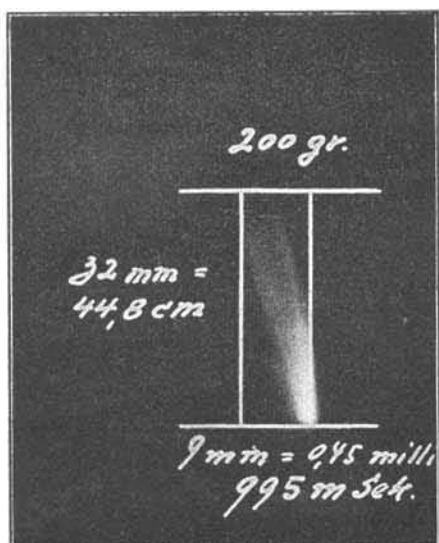
sich schwer und langsam umsetzenden Naphthalinderivate bewirken eine relativ lange Flammendauer und sogenannte sekundäre Reaktionen, die ungünstig auf die Sicherheit wirken.

Mit Hilfe des von Mettegang konstruierten Flammenzeitenmeßapparates, der auf dem Prinzip des schnell rotierenden Films beruht, ist es möglich, die Dauer der Explosionsflammen der verschiedenen Sprengstoffe genau zu messen und miteinander zu vergleichen.

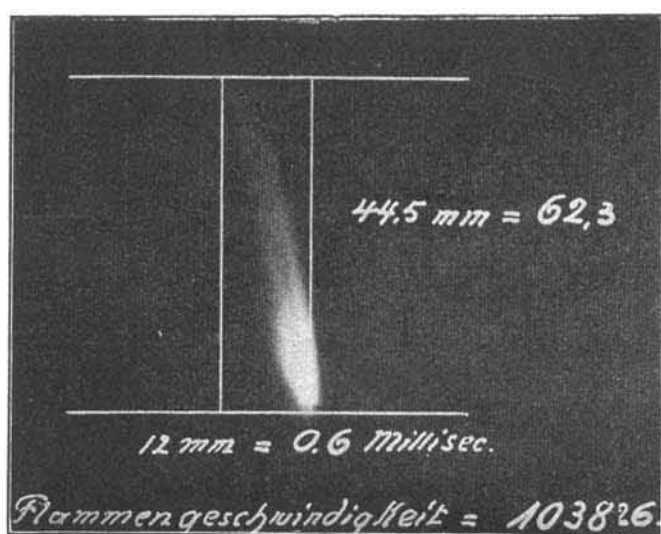
Die von Mettegang und Karl Friedrich Meyer durchgeführten Messungen ergaben:

	Flammendauer	
Wetterdetonit A	0,35 – 0,60 Milli. Sek.	
Grisounaphtalite couche . .	1,20 Milli. Sek.	} ausgeprägte Sekundärreaktionen
Grisounaphtalite roche . .	1,00 "	

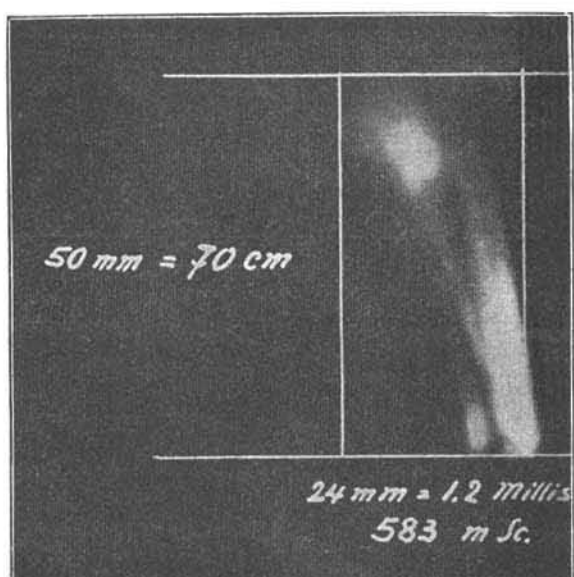
deutschen und entsprechen in der Größenordnung denen unserer nicht wettersicheren Gesteinsammonsprengstoffe. In Gebrauch sind in den französischen Kohlenruben die nitroglycerinfreien Monopolsprengstoffe: Grisounaphtalite couche und roche und die von der Privatindustrie hergestellten Nitroglycerinsprengstoffe: Grisoudynamite couche und roche II. Nach deutschen Anschauungen und Prüfungsmethoden geprüft sind diese französischen Sprengstoffe sämtlich als sehr wenig sicher zu bezeichnen, den Roche-Sprengstoffen kommt überhaupt keinerlei Merkmal der Wettersicherheit zu. Gleichwohl hat eine über 25 Jahre sich erstreckende Statistik nur eine sehr geringe Zahl von Grubengas- und Kohlenstaubexplosionen beim Ge-



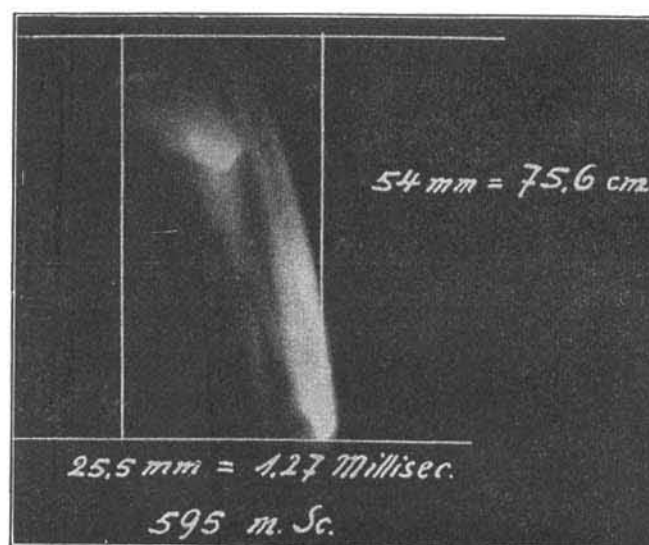
Wetter-Detonit A.



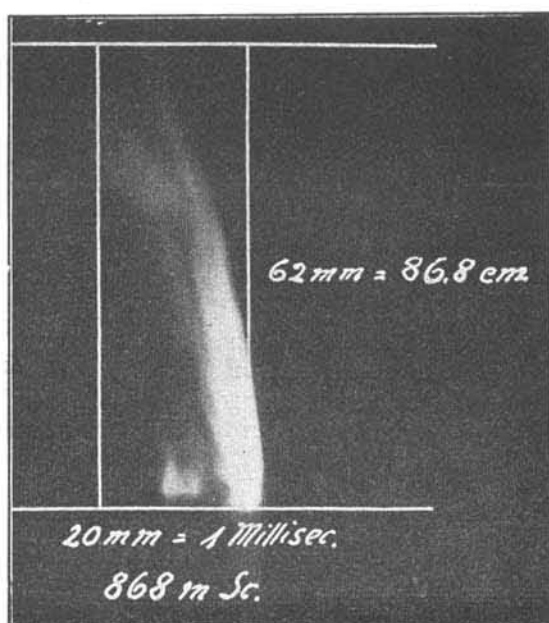
Wetter-Astralit A (100 g).



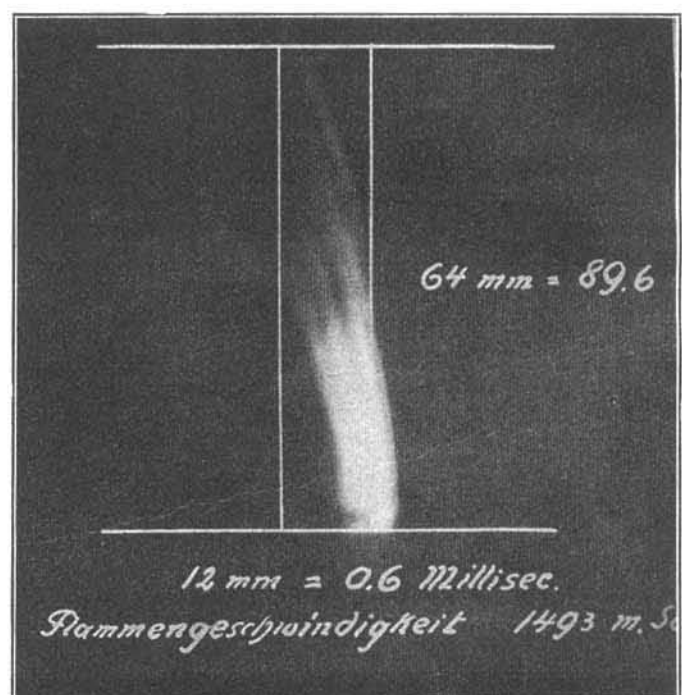
Grisounaphtalite couche.



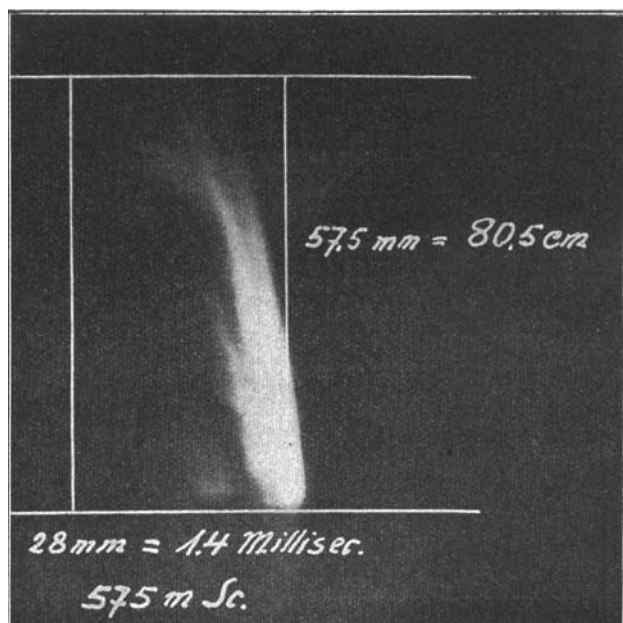
Grisoudynamite couche.



Grisounaphtalite roche.



Wetter-Nobelit A.



Grisoudynamite roche 2.

brauch derselben zu verzeichnen, die meist auf Lochpfeifer und mangelhafte Detonationsfähigkeit zurückzuführen waren. Während die belgischen Wettersprengstoffe den französischen ähnlich sind, gebraucht man in England nur zwei Typen, die unserem Wetterastralit

und unseren Wetternobeliten sehr nahekommen, teilweise allerdings nicht so hohe Sicherheiten aufweisen wie unsere Sprengstoffe. In den Vereinigten Staaten werden die genauen Zusammensetzungen der Wettersprengstoffe noch geheimgehalten. Die Prüfungsmethoden sind etwas schematisch, jedoch scheint man sich zurzeit den englischen Prüfungsmethoden anzupassen, die wiederum den unserigen ziemlich nahekommen.

Zum Schluß möchte ich meine Darstellung des heutigen Entwicklungsstadiums der deutschen Wettersprengstoffe dahin zusammenfassen, daß wir das Ziel, mit diesen Sprengstoffen eine möglichst hohe Kraftleistung zu erzielen, ganz haben fallen lassen. Unser Bestreben, wenn wir die Forderungen für die Sicherheit des Bergbaues formulieren und unsere Prüfungsmethoden ausgestalten, ist vielmehr, mit allen möglichen Anomalien der Schießarbeit und selbst mit der Außerachtlassung der Sicherheitsvorschriften seitens der Bergleute zu rechnen und demgemäß die Sprengstoffe bei der Prüfung den ungünstigsten Bedingungen auszusetzen und den schärfsten Anforderungen zu unterwerfen. Bei diesem bewußten Hochschrauben des Sicherheitskoeffizienten ist nach menschlichem Ermessen alsdann die Wahrscheinlichkeit eine äußerst geringe, daß die Arbeit mit unseren Wettersprengstoffen als solche Grubengas- oder Kohlenstaubexplosionen herbeiführt, und die Praxis mit ihrem ungeheuren Verbrauch dieser Sprengstoffe scheint dies auch zu bestätigen. [A. 71.]

Über in Äthylalkohol lösliche Nitrocellulosen.

Von S. KÜHNEL HAGEN.

Chem. Laboratorium A. der Techn. Hochschule Kopenhagen.

(Eingeg. 14. März 1927.)

Die Löslichkeit der Nitrocellulosen in Äther-Alkohol ist vor allem von dem Nitriergrad des Produktes abhängig. Nach einer von H. Brunswig¹⁾ angegebenen Kurve, scheinen Nitrocellulosen mit 10,8–12,3% N die größte und ungefähr die gleiche Löslichkeit (90–100%) zu haben, während sie für Nitrocellulosen mit sowohl mehr als weniger Stickstoff stark abnimmt.

Erhöhte Temperatur des Nitrierbades ändert den Stickstoffgehalt nicht, sondern setzt die Viskosität der Lösungen und vermutlich auch die Molekulargröße herab²⁾. Möglicherweise kann man auch durch Erhöhen der Nitriertemperatur die Nitrocellulosen löslicher machen. Auch die dem Nitrierprozeß vorangehende Behandlung der Baumwolle hat für Löslichkeit und Viskosität Bedeutung. Wird die Baumwolle vor der Nitrierung auf 150–170° erhitzt, bekommt man nach Chardonnet³⁾ und Berl⁴⁾ alkohollösliche Nitrocellulosen. Jener erhitze unter Durchleiten von Luft, dieser unter Durchleiten von Stickstoff. Eine vorhergehende Mercerisierung ergibt leichtlösliche Nitrocellulosen⁵⁾.

Diese Arbeit ist ein Versuch, den Einfluß der vorhergehenden Mercerisierung und Erhitzung der Baumwolle auf Löslichkeit des Nitrierproduktes in Äthylalkohol zu beurteilen.

Die zu den Versuchen benutzte Baumwolle war kurzfasrige Linters, weiß, mit 6% Feuchtigkeit und 0,25% Asche, zum Nitrieren direkt verwendbar. Vor sämtlichen Versuchen

wurde die Baumwolle bis zu konstantem Gewicht bei 100–103° getrocknet und in paraffinverschlossenen Gläsern mit Glasstöpseln aufbewahrt.

Die Erhitzung wurde in Gläsern im Ölbad von 155° vorgenommen, unter Durchleiten eines langsamen Stromes von gewöhnlichem komprimierten Stickstoff (der bekanntlich ganz wenig Sauerstoff enthält). Der Stickstoff wurde im Ölbad vorgewärmt, nachdem er eine Waschflasche mit konzentrierter Schwefelsäure passiert hatte. Die Erhitzung des Ölbad geschah durch Gas mit Temperaturregulator. Die Temperatur schwankte während des Versuches etwa 2° auf beiden Seiten von 155°. Die Erhitzungsgläser mit etwa 5 g trockener Baumwolle wurden zu je vier ins kalte Ölbad gesetzt, und ein kräftiger Stickstoffstrom wurde, um Luft im Laufe der Erhitzung auszutreiben, durchgeleitet. Bei 155° wurde der Stickstoffstrom in der Schwefelsäure bis zu 30 Blasen pro Minute abgeschwächt. Die Erhitzungszeit wird von diesem Augenblick ab gerechnet. Nach beendeter Erhitzung wurde das betreffende Glas herausgenommen und abgekühlt, stets in Stickstoffstrom. Der Inhalt wurde in dem paraffinverschlossenen Glas aufbewahrt.

Die Mercerisierung wurde vorgenommen, indem die trockene Baumwolle (etwa 5 g) in einen konischen Kolben (500 ccm) gebracht wurde. Es wurden 200 ccm 20%ige Natronlauge zugesetzt und dreiviertel Stunde in Eiswasser unter häufigem Schütteln gekühlt. Darauf wurde soviel als möglich von der Lauge ausgegossen und die Baumwolle in demselben Kolben dreimal je 5 Minuten mit 400 ccm kaltem Wasser ausgewaschen. Darauf wurde sie 15 Minuten mit 500 ccm destilliertem Wasser im Becherglas ausgekocht, dann noch einmal nach Abpressen mit der Hand 15 Minuten in 500 ccm destilliertem Wasser + 10 ccm 4/n-Essigsäure (saure Reaktion) und noch viermal mit Wasser. Nach jedem Auskochen wurde mit der Hand abgepreßt.

Das Nitrieren wurde mit einer Säuremischung von 62% Schwefelsäure, 20% Salpetersäure und 18% Wasser vor-

¹⁾ Explosivstoffe, 1923, S. 162.

²⁾ G. Lunge, Ztschr. angew. Chem. 19, 2056.

³⁾ Belg. Pat. 90110.

⁴⁾ D. R. P. 199885.

⁵⁾ Clement-Rivière, Die Cellulose. Deutsche Bearbeitung von Dr. K. Bratring, 1923.