

Zeitschrift für angewandte Chemie.

1893. Heft 9.

Über Fettextractionen.

Von

Dr. L. Gebek.

(I. Assistenten an der landw. Vers.-Stat. Bonn.)

Wie allgemein bekannt, ist die bisherige Methode, das Fett aus Futtermitteln nach einem 3stündigen Vortrocknen mit wasserfreiem Äther zu extrahiren, noch sehr unvollkommen. Selbst wenn das für Fette vielleicht geeignetste Lösungsmittel, leicht siedendes Benzin, angewendet wird, so enthält der Extract doch noch immer Farbstoffe, Harze, wachsartige Beimengungen und ähnliche Bestandtheile in Lösung. Es ist bisher nicht gelungen, dieselben vom Fett auf einfache Weise zu trennen. Dazu kommt noch, dass das bisherige Vortrocknen der Substanz bei gewisser Temperatur und bei Leinmehl noch dazu im Wasserstoff- oder Leuchtgasstrom, und die Darstellung von völlig wasserfreiem Äther viel Zeit erfordern und ziemlich lästig sind.

Um diese Maassnahmen zu umgehen, vermischte ich die extrahirenden Substanzen mit gebranntem Gyps und liess ausserdem noch die Ätherlösung ein Gypsfilter passiren. Papierhülsen sind hierbei nicht zu gebrauchen, weil die Ätherlösung an den Seiten durchdringen kann; ich benutzte die gewöhnlichen Extractionsröhrchen, welche an dem einen Ende ausgezogen sind und mit einem Wattefilter verstopft werden können. Auf dieselben wurde eine 4 bis 5 cm lange Gyps-schicht geschüttet, und auf diese die mit einer gleichen Menge Gyps vermischte Substanz. Da fein gepulverter Gyps sehr leicht ein undurchlässiges Filter abgeben kann, benutzte ich körnigen Gyps, welcher von zerkleinerten Gypsfiguren herstammte, in einer Platinschale geglüht und durch ein 2 mm weites Sieb hindurchgegangen war. Für die Extraction nahm ich gewöhnlich die Substanz im lufttrockenen Zustande und gewöhnlichen Äther. Nach mehreren Extractionen mit verschiedenen Sorten Baumwollsaatmehl fand ich, dass der auf diese Weise erzielte Extractgehalt geringer, und der Extract dem äusseren Ansehen nach

weniger gefärbt, ja mitunter fast farblos und somit auch reiner war als der Ätherextract, wie er nach der bisherigen Methode dargestellt worden ist. Die Jodzahl war bei gleichzeitiger Anwendung von Gyps eine höhere.

Im Allgemeinen blieb es sich auch gleich, ob der Äther wasserhaltig oder wasserfrei war, dagegen wurde nach dem Vortrocknen der Substanz an der Luft der Extractgehalt noch bedeutend geringer. Vermuthlich war das Fett in den Futtermitteln durch das Vortrocknen verändert und dadurch wurde es, wenn es auch noch völlig in Äther allein löslich war, doch zum Theil von Gyps zurückgehalten.

Die Resultate der einzelnen Extractionen waren indessen sehr häufig unter einander verschieden, trotzdem bei gleichen Verhältnissen gearbeitet wurde; vielleicht war an dieser Differenz die Dichte des Gypsfilters, die Schnelligkeit der Extraction im Anfange oder ein anderer, nicht festzustellender Umstand Schuld. Der Mindergehalt des Extractes betrug oft bis 10 Proc. der Gesamtmenge.

Auch bei Leinmehlen erhielt ich bei der Extraction mit Gyps reinere Extracte, aber keine unter einander übereinstimmende Resultate, worauf ich mich veranlasst sah, von weiteren Versuchen mit anderen Futtermitteln abzustehen.

Hinzufügen will ich nur noch, dass eine getrocknete Getreideschlempe, welche mit wasserfreiem Äther und lufttrocken extrahirt 9 bis 12 Proc. Fett ergab, wenn sie ebenso, nur mit gleichzeitiger Anwendung von gebranntem Gyps, extrahirt wurde, nur 6 Proc. Ätherextract aufwies. Dieselbe Zahl war auch erhalten worden, wenn diese Schlempe vorher 3 Stunden bei 100° getrocknet und mit wasser- und alkoholfreiem Äther extrahirt worden war.

Auch die Anwendung von Thierkohle bei der Extraction von Futtermitteln erwies sich nicht als geeignet. Die Extracte waren im Allgemeinen sämmtlich fast farblos und um vieles geringer als die nach der bisherigen Methode erzielten, aber differirten untereinander sehr stark. Jedenfalls hat Thierkohle die Fähigkeit, nicht blos Harze und Farbstoffe auf sich niederzuschlagen,

sondern auch freie Fettsäuren, welche in den einzelnen Futtermitteln stets in grösserer oder geringerer Menge vorkommen, zu absorbiren. Thierkohle und Gyps zugleich benutzt, gaben dieselben unbefriedigenden Resultate.

Wendet man dagegen, statt des gebrannten Gypses oder Thierkohle, die zur Klärung von Wein häufig gebrauchte spanische Erde an, so liefern die Extraktionen günstige Ergebnisse. Indessen ist es vor dem Gebrauch derselben nothwendig, die vorhandenen kohlensaurigen Verbindungen, namentlich kohlensaurigen Kalk zu entfernen. Zu diesem Zwecke wird das feine Pulver mit Wasser angeschlammmt, eine genügende Menge Schwefelsäure hinzugesetzt, die ganze Masse auf dem Wasserbade eingedampft, getrocknet und gegläht. Nach dem Glühen werden die einzelnen Stücke zerkleinert und durch ein Sieb von 2 mm Lochweite durchgetrieben und in diesem zerkleinerten Zustand für die Extraktionen verwendet. Im Allgemeinen verfuhr ich hierbei wie bei der Extraction mit Gyps. Auf den Wattestopfen in dem Extractionsröhrchen, welches vorthellhaft 2 Mal ausgezogen ist, kam eine Schicht von 3 bis 4 cm spanische Erde, darauf das betreffende Futtermittel mit einem gleichen Volumen spanischer Erde gemischt und schliesslich noch ein Wattestopfen. Auf 5 g Substanz kamen in der Regel 12 bis 15 g spanische Erde. Die Extraction dauerte 4 bis 5 Stunden und wurde von mir mit lufttrockener und bei 100° an der Luft getrockneter Substanz, mit wasserhaltigem und wasserfreiem Äther bei den verschiedensten Futtermitteln ausgeführt.

In fast allen Fällen erhielt ich, selbst bei den stark gefärbten Baumwollsaatmehlen, eine völlig farblose Ätherlösung; der Extract war demgemäss nach dem Abdestilliren des Äthers und nach dem Trocknen farblos oder schwach gelb oder ein wenig braun gefärbt. Er war je nach den verschiedenen Futtermitteln fest oder flüssig, aber stets klar und löste sich wieder vollständig in wasserfreiem Äther.

Bei Fleischfuttermehl zeigten sich in der Ätherlösung keine Ausscheidungen, wie sie bei der Anwendung der bisherigen Extractionsmethode beobachtet werden, und in dem Extract der Baumwollsaatmehle schieden sich noch oft nach 24 Stunden Krystalle von Baumwollstearin aus. Dem äusseren Ansehen nach waren die Extracte sämtlicher Futtermittel reiner, als wie sie bisher dargestellt wurden.

Nur bei Kleigrasheu gelang es nicht, wenn auch der Extract bedeutend schwächer

gefärbt war wie bisher, den Chlorophyllfarbstoff fernzuhalten.

Es blieb sich bei den gewöhnlicheren Futtermitteln mit normalem Fettgehalt, wie bei Baumwollsaatmehl, Leinmehl, Raps- bez. Rübkuchen, Erdnusskuchen, Reismehl gleich, ob wasserfreier oder wasserhaltiger Äther genommen wurde, dagegen war die Extractmenge der sehr fettreichen Substanzen, wie Sesamkuchen, Cocoskuchen, Fleischfuttermehl, ferner der Palmkernkuchen, Mohnkuchen bei Anwendung von wasserfreiem Äther um ein paar Zehntel geringer, wenn statt des gewöhnlichen Äthers völlig wasserfreier Äther benutzt wurde.

Bei den Rückständen der Gährungsindustrie waren die Resultate nach der Extraction mit wasserfreiem und wasserhaltigem Äther oft gleich, oft differirten sie ein wenig, doch waren sie in der Regel geringer als bei der Extraction nach der bisherigen Vorschrift.

Die Differenz zwischen den Fettmengen, welche nach dem Vortrocknen der Substanz und Extraction mit wasserfreiem Äther und denen, welche unter gleichzeitiger Anwendung von spanischer Erde mit wasserfreiem oder wasserhaltigem Äther gewonnen wurden, betrug oft über 10 Proc. der Gesamtmenge. Am grössten war sie bei Erdnusskuchen, Baumwollsaatmehl, Mohnkuchen, Sesamkuchen, am geringsten bei Leinmehl und Palmkernkuchen, doch traf dies nicht für alle Fälle zu.

Wenn ich auch bisher auf eine genauere Untersuchung der durch Anwendung von spanischer Erde gewonnenen Fettextracte nicht eingegangen bin, was ich mir für später vorbehalte, so können dieselben doch schon äusserlich ohne Zweifel als reiner bezeichnet werden. Dass aber auch in den Fällen, wo verschiedene Resultate erzielt wurden, der wasserfreie Äther dem gewöhnlichen Äther vorzuziehen ist, kann wohl als bestimmt vorausgesetzt werden.

Ein Vortrocknen der Substanz und spätere Extraction mit wasserfreiem Äther bei Anwesenheit von spanischer Erde erwies sich als ungeeignet. Die Resultate fielen zu niedrig aus. Die Differenz bei einer einfachen Extraction mit wasserfreiem Äther zwischen den Extracten der lufttrockenen und der bei 100° vorgetrockneten Substanz war bei weitem nicht so gross, als wenn ich gleichzeitig spanische Erde benutzte.

Wahrscheinlich erleiden, wie dies auch schon bei der Extraction mit Gyps hervortrat, die Futtermittel durch das Vortrocknen eine Veränderung und verharzen zum Theil. Bei der bisherigen Methode mag diese Ver-

änderung auf das Endresultat keinen Einfluss üben, da das gebildete Harz in Äther löslich ist und mit dem Extract gewogen wird; bei Anwesenheit von spanischer Erde werden aber die harzigen Producte von derselben zurückgehalten. Die letzteren Bestimmungen habe ich nur an einer geringeren Anzahl von Futtermitteln, Baumwollsaatmehl, Leinmehl, Erdnussmehl und Rübkuchen ausgeführt, doch werden sich die übrigen vermuthlich ebenso verhalten.

Als Resultat obiger Arbeit ergibt sich, dass bei der Extraction von Futtermitteln durch Anwendung von Gyps und Knochenkohle ein reineres Fett erzielt wird, aber nicht übereinstimmende Resultate sich zeigen. Durch Anwendung von spanischer Erde gelingt es gleichfalls, einen sehr reinen Extract zu erhalten, und die Resultate stimmen stets überein, wenn eine Sorte Äther angewendet wird. Wasserfreier Äther liefert im Gegensatz zu wasserhaltigem Äther niedrigere, aber jedenfalls die richtigeren Zahlen. Ein Vortrocknen der Substanz ist unzulässig und gibt ein zu geringes Resultat.

Über das Färben von Quarzsand mit Azofarbstoffen.

Von

Richard Möhlau.

Für wissenschaftliche Versuche auf wasserbautechnischem Gebiete war die Beschaffung auffallend verschiedenfarbigen Quarzsandes erwünscht. An die Dauerhaftigkeit der Färbung waren die Bedingungen einer gewissen Widerstandsfähigkeit gegen Wasser und einer gewissen Reibechtheit geknüpft.

Da der Quarz weder zu unorganischen noch zu organischen Farbstoffen Affinität besitzt, so schien die Anwendung derjenigen Methoden, welche zur Färbung der Textilfasern zu führen pflegen, hier aussichtslos zu sein.

Als jedoch eine sorgfältige mikroskopische Betrachtung das Vorhandensein höchst feiner Rillen und Höhlungen in den einzelnen Quarzkörnern ergab, durfte man an die Möglichkeit denken, dadurch zum Ziel zu gelangen, dass man unorganische, farbige Körper, wie Chromgelb, Berlinerblau u. dgl. in den erwähnten Vertiefungen niederzuschlagen versuchte.

Wenn derartige Versuche sämmtlich ein negatives Resultat zur Folge hatten, so liegt der Grund wohl darin, dass die Grösse der einzelnen Partikeln der theils krystallinischen, theils amorphen Niederschläge im Missverhältniss zur Feinheit der Rillen und Höhlungen stand.

Mit gutem Erfolge konnten dagegen die wasserunlöslichen Naphtolazofarbstoffe fixirt werden. Das mikroskopische Bild des so gefärbten Sandes zeigte bei 600facher Vergrösserung die Farbstoffe ganz gleichmässig und in ihren einzelnen Theilchen nicht erkennbar in den Vertiefungen der Quarzkörner abgelagert.

Zur Schilderung des Verfahrens diene die Färbung von Quarzsand mit dem röthlichorangenen Benzol-azo- β -naphtol.

In einem geräumigen, eisernen, mit Rührwerk versehenen Kessel werden 1 k gepulvertes β -Naphtol mit etwas mehr als der äquivalenten Menge Ätznatron in 25 l Wasser gelöst. In diese Lösung werden allmählich 100 k Quarzsand eingerührt. Hat sich derselbe mit der Lösung vollständig benetzt, so lässt man nunmehr in feinem Strahl und unter fortgesetztem Rühren eine Lösung von Diazobenzolchlorid zufließen, welche vorher durch Vereinigung einer Lösung von 900 g salzsaurem Anilin und 800 g Salzsäure von 21° B. in 3 l Wasser mit einer Lösung von 500 g Natriumnitrit in 2 l Wasser bereitet worden ist.

Nachdem die Farbstoffbildung vollendet ist, wäscht man im selbigen Apparat mit fließendem Wasser aus, bis der Ablauf farblos erscheint und trocknet den nun farbigen Sand.

Da die in Frage kommenden Azofarbstoffe durch Combination des α - und β -Naphtols mit den Diazoabkömmlingen der verschiedenen primären aromatischen Amine entstehen und diese Combinationen zu sehr verschiedenfarbigen Körpern führen, so hängt es einerseits von der Wahl des Naphtols, andererseits von derjenigen des zu diazotirenden Amins ab, welche Färbung man dem Quarzsande ertheilen will.

Laboratorium für Farbenchemie und Färbertechnik, Technische Hochschule Dresden.