

# Zeitschrift für angewandte Chemie.

1894. Heft 15.

## Zur Prüfung des „präparirten Theers“.

Von

G. Lunge.

Unter dem Namen „präparirter Theer“ kommen im Handel Producte vor, welche durch Mischen von Steinkohlentheerpech (weichem oder hartem) mit Destillaten des Steinkohlentheers in sehr verschiedenen Verhältnissen dargestellt werden, wie dies in meinem „Steinkohlentheer und Ammoniak“, 3. Aufl., S. 245 erwähnt ist. Man hat es hier mit einer durchaus rationellen Industrie zu thun. Nachdem dem Theer in der Blase alles Flüchtige entzogen worden ist, um aus diesem eine Reihe von werthvolleren Endproducten darzustellen, hinterbleibt hartes Pech, dessen Entfernung aus der Blase sehr umständlich, und dessen Anwendung im harten Zustande sehr beschränkt ist. Man hilft dem ab<sup>1)</sup>), indem man zu dem noch flüssigen Pech eine gewisse Menge derjenigen Schweröle pumpt, die man nicht besser verwerthen kann, z. B. der vom Rohanthracen abgepressten Öle. Je nach der Menge und der Art des zugesetzten Öles, das sich in der Blase mit dem Pech mischt, erhält man beim Ablassen des Gemisches (welches nun ohne alle Gefahr vor sich geht), mittelhartes Pech, weiches Pech, „Asphalt“, Eisenlacke von verschiedener Consistenz und endlich den „präparirten Theer“. Der letztere Name sollte wohl ursprünglich ein Gemisch bedeuten, das dem rohen Theer an Consistenz und an Anwendbarkeit zu Anstrichen und zur Dachpappenfabrikation u. s. w. gleich kommt, aber den Vortheil besitzt, dass ihm die leichter flüchtigen Bestandtheile fehlen, die beim Trocknen neben entsprechendem Geruche auch Risse hervorrufen.

Für den Fabrikanten liegt natürlich ein grosser Vortheil darin, dass er dem Theer vorher das Benzol, Phenol, Naphtalin und Anthracen entzogen hat, ohne dadurch der Anwendbarkeit des Präparates irgend zu schaden. Gerade der Umstand, dass man

es in der Hand hat, durch Regulirung der Ölmenge jede gewünschte Consistenz zu erreichen, ist ein besonderer Vorzug dieses Verfahrens.

Dies führt aber natürlich dahin, dass man unter „präparirtem Theer“ sehr verschiedene Dinge verstehen kann, und dass, um Streitigkeiten zwischen Fabrikant und Abnehmer zu vermeiden, genaue Normen dafür festgestellt werden sollten, was im jedesmal vorliegenden Falle die Eigenschaften des präparirten Theers sein sollen.

Was sollen nun aber diese Normen sein? Wie soll man überhaupt die Qualität von „präparirtem Theer“ untersuchen? Ein Process, in dem ich ein Sachverständigen-Gutachten abzugeben hatte, zeigte, dass hier eine Lücke besteht, welche entschieden ausgefüllt werden sollte. Ich habe mich bemüht, dies zu thun und bin dabei von Herrn Dr. A. Lwoff in dankenswerthester Weise durch Ausführung vieler Versuche unterstützt worden. Das von mir benutzte Material habe ich der gütigen Vermittelung der Deutschen Continental-Gas-Gesellschaft in Dessau zu verdanken. Von dieser erhielt ich drei grössere Muster, aus verschiedenen deutschen und polnischen Fabriken stammend. Aus leicht verständlichen Gründen sehe ich von einer Angabe der Herkunft meiner Muster ab und werde diese im Folgenden als Muster A, B und C bezeichnen.

Bei der Aufstellung von Prüfungsmethoden für technische Zwecke muss man natürlich auf zweierlei Dinge sehen. Erstens sollen die Methoden mit der Anwendung des betreffenden Gegenstandes in Zusammenhang stehen, und womöglich ein Maass für seine Brauchbarkeit zu bestimmten Zwecken abgeben. Zweitens sollen sie aber auch leicht, schnell und von jedem Dritten in gleicher Weise ausführbar sein. Die erste Forderung ist nicht immer leicht zu erfüllen, und auch im vorliegenden Falle geht dies nur unvollständig an. Der „präparirte Theer“ muss eben für recht verschiedene Zwecke dienen, und wird dabei in ganz verschiedener Weise beansprucht. Manche seiner Eigenschaften, wie die Schnelligkeit des Austrocknens, die Deckkraft als Anstrich, die Dichtheit des dabei gebildeten Überzuges, die Wetterbe-

<sup>1)</sup> Dies geht allerdings nicht an, wenn man Pech auf grössere Entfernung in Schiffen oder Eisenbahnwagen lose transportiren will; hier kann man nur hartes Pech verwenden.

ständigkeit eines Anstriches oder einer Dachpappe, sind wohl kaum in solche Untersuchungsmethoden zu fassen, die im Laboratorium leicht und sicher so ausgeführt werden können, dass man mit Zahlen operiren kann. Man wird also grossentheils auf Methoden angewiesen sein, die es wenigstens gestatten, die Gleichförmigkeit verschiedener Lieferungen und ihre Übereinstimmung mit einem Normalmuster festzustellen.

Unter Festhaltung der zweiten oben ausgesprochenen Forderung, nämlich leichter und sicherer Ausführbarkeit, habe ich geglaubt, folgende drei Eigenschaften zur Grundlage der Prüfung von präparirtem Theer machen zu sollen: das specifische Gewicht, die Viscosität (den Flüssigkeitsgrad) und die Menge der flüchtigen Bestandtheile. Alle drei Eigenschaften sind aber hier nicht leicht durch die sonst dafür in Anwendung stehenden Methoden zu ermitteln und mussten deshalb besondere Verfahren dafür ausgearbeitet werden, die im Folgenden beschrieben werden sollen.

#### 1. Bestimmung des specifischen Gewichtes.

In vielen Fällen wird man

ja hier mit einem Aräometer arbeiten können; für genauere Arbeiten wird man aber doch ein anderes Verfahren vorziehen, und bei zähflüssigeren Theeren lässt das Aräometer von vorn herein im Stiche. Ein gewöhnliches Pyknometer ist aber auch kaum zu verwenden; seine Füllung wäre häufig kaum genau auszuführen, und seine jedesmalige Reinigung äusserst umständlich. Ich benutze daher folgende, in Fig. 147 in halber Grösse gezeigte Vorrichtung,

die man aus dem überall im Handel zu habenden cylindrischen „Wägegläschen“ in wenigen Minuten herstellen kann. Man feilt nämlich einfach in den Glasstopfen eine von oben nach unten durchgehende Kerbe *a* von etwa 2 mm Breite und Tiefe ein. Das specifische Gewicht wird bestimmt, indem man das Gläschen mit der Substanz füllt, den Stopfen aufsetzt und die aus dessen Kerbe *a* hervortretende Flüssigkeit mit Fliesspapier entfernt. Nach Beendigung der Wägung wird der Theer ausgegossen, wozu unter Umständen Erwärmung nötig ist, und das Glas durch Auswaschen mit Fliesspapier gereinigt, was bei seiner Gestalt, namentlich bei Anwendung von ein wenig fettem Öl, äusserst leicht und weit einfacher als die

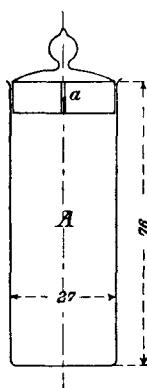


Fig. 147.

Anwendung von Lösungsmitteln ist, die den Theer überhaupt manchmal wenig angreifen und jedenfalls nie völlig auflösen.

Beim Auswägen mit Wasser ist natürlich obige Operation ungemein leicht und einfach; auch ist nichts leichter, als dabei die gewünschte Temperatur zu erreichen oder die zufällig vorhandene festzustellen; man braucht ja nur das Wägegläschen einige Zeit in einem grösseren Wassergefäss mit Thermometer eingesenkt zu halten. Bei Theer ist aber die Sache keineswegs so einfach. Dieser ist in der Regel so dickflüssig, dass beim Eingießen Luftblasen darin zurückbleiben; auch ist das Austreten desselben aus der Kerbe *a* kaum so zu reguliren, dass nicht etwas in den Zwischenraum zwischen den Rand des Cylinders und den Stopfen tritt, aus dem es durch Auswaschen nicht ganz genau zu entfernen ist. Die Luft kann man nur durch längeres Erwärmen entfernen, und da beim Erkalten das Volum sich verkleinert, so muss man mehr Theer zugießen, wobei sich unter dem Stopfen wieder Luft fangen kann, was man wegen der Undurchsichtigkeit des Theers unmöglich deutlich beobachten kann.

Vollkommen reinlich und leicht wird die Operation, wenn man wie bei der Bestimmung des spec. Gewichtes fester Substanzen verfährt, indem man das Gläschen nur theilweise mit Theer füllt und dann mit Wasser auffüllt; man erreicht dann das Ziel durch eine neue Wägung. Man verfährt also wie folgt. Erst bestimmt man ein für allemal das Eigengewicht des Gläschens (*a*) und dessen Gewicht nach Füllung mit Wasser von  $15^{\circ}$  (*b*). Dann trocknet man es aus, giesst beliebig viel Theer hinein, etwa bis zu  $\frac{2}{3}$  der Höhe, und stellt das Glas mit abgenommenem Stopfen eine Stunde in heisses Wasser, bis alle Luftblasen aus dem dann ganz dünnen Theer entwichen sind. Nun lässt man erkalten, und wägt das Glas + Theer (*c*). Hierauf füllt man mit Wasser auf, setzt den Stopfen auf, entfernt das aus der Kerbe des letzteren austretende Wasser, lässt in einem grösseren Wassergefäß stehen, dessen Temperatur man kennt, trocknet aussen ab und wägt wieder (*d*). Das gesuchte specifische Gewicht des Theers ist dann:

$$\frac{c - a}{b + c - (a + d)}.$$

Beispiel (Theer A):

a. Wägegläschen leer	= 18,6720 g
b. dasselbe + Wasser	= 48,7014
c. dasselbe + Theer	= 39,1289
d. dasselbe + Theer, aufgefüllt mit Wasser	= 51,5983.

$$\begin{aligned} \text{Spec. Gew. bei } 18^{\circ} &= 39,1289 - 18,6720 \\ &= 48,7014 + 39,1289 - (18,6720 + 51,5983) = 1,1649. \end{aligned}$$

In gleicher Weise untersucht zeigte Theer B 1,1972 bei  $23^{\circ}$ , Theer C 1,2424 bei  $20^{\circ}$ .

2. Viscosität. Auf diese Eigenschaft des präparirten Theers wird es in vielen praktischen Fällen sehr ankommen; auch wird sie gewiss ein gutes Mittel angeben, um bei Anwendung gleicher Ausgangsmaterialien die Gleichförmigkeit des Productes zu constatiren. Es liegt auf der Hand, dass im vorliegenden Falle die bekannten, auf Messung der Ausflussgeschwindigkeit aus kleinen Öffnungen beruhenden und für Schmieröle u. dgl. durchaus brauchbaren Viscosimeter, wie z. B. dasjenige von Engler, ihren Dienst versagen, da die Reinigung der Gefässe und Öffnungen von Theer eine zu schwierige ist. Es kam also darauf an, ein einfaches, unbedingt leicht zu reinigendes Instrument für diesen Zweck zu construiren. Ich glaubte dies am besten dadurch erreichen zu können, dass ich eine Art Aräometer, von speciell zu diesem Zwecke passender Form, anwendete, und die Schnelligkeit des Einsinkens dieses Instrumentes bis zu einem bestimmten Punkte zum Maass der Viscosität nahm. Was diesem Prinzip an wissenschaftlicher Genauigkeit vielleicht abgeht, wird durch seine Brauchbarkeit für den vorliegenden Zweck mehr als aufgewogen.

Das kleine Instrument, welches ich als „Theerprüfer“ bezeichnen möchte, ist in Fig. 148 in  $\frac{1}{4}$  der natürlichen Grösse gezeigt. Im Gegensatz zu den gewöhnlichen Aräometern ist es aus sehr starkem Glase angefertigt, um dem mechanischen Abputzen des Theeres besseren Widerstand zu leisten, und theils aus demselben Grunde, noch weit mehr aber behufs Erreichung einer gleichförmigeren Einsinkungsgeschwindigkeit ist der Hauptkörper ganz cylindrisch, mit einfach halbkugeligem Ende, gestaltet, statt der Einziehung und kugelförmigen Endung der gewöhnlichen Aräometer. Dieser Theil ist, einschliesslich der unteren und oberen Abgrenzung, 100 mm lang und hat 20 mm äusseren Durchmesser. Der verengte spindelförmige Theil ist 225 mm lang und 8 mm weit. Auf diesem ist, 15 mm über dem Ende des conischen Übergangstheiles zu dem cylindrischen Spindeltheile, das spec. Gew. 1,400 angeschrieben; die specifischen Gewichtszahlen setzen sich nach oben bis 1,050 fort; diese Scala nimmt im Ganzen eine Länge von 190 mm ein; der für uns wichtigste Scalentheil bis 1,250 befindet sich in

den mir vorliegenden 4 Instrumenten in einer Entfernung von 81 bis 83 mm vom Ende des conischen Übergangstheiles.

Das Gewicht des Instrumentes, dessen Beschwerung durch Schrotkörner mit Siegel-lackverschluss u. dgl. geschieht, beträgt bei meinen 4 Instrumenten:

No. 1	38,3 g
- 2	38,7
- 3	39,5
- 4	38,3.

Als Normalgewicht möchte ich 39 g festhalten; eine Abweichung von etwa 0,5 g nach oben und unten beeinträchtigt, wie man sehen wird, die Genauigkeit der Resultate nicht<sup>2)</sup>.

Es ist wohl kaum nöthig zu bemerken, dass man das Princip meines „Theerprüfers“ durch Abänderung des absoluten Gewichtes u. s. w. auch für Flüssigkeiten von beliebigem anderen spec. Gewichte, also als Viscosimeter für Schmieröle, für Gummilösungen, für Kattundruckfarben u. s. w. construiren kann, und behalte ich es mir vor, die dafür passenden Normen später anzugeben.

Die Handhabung des Theerprüfers ist folgende. Man giesst den zu untersuchenden Theer in einen Cylinder, und zwar so hoch, dass nach dem Einsinken des Theerprüfers die Oberfläche des Theers sich nicht weit unter der Mündung des Cylinders befindet, um leicht beobachten zu können. Der Theer wird dann mit einem Drahte, dessen unteres Ende zu einem Ringe umgebogen ist, gut durchgemischt und seine Temperatur mittels eines Thermometers bestimmt, dessen Angaben auf mindestens  $\frac{1}{2}^{\circ}$  mit den eines Normalthermometers stimmen müssen. Da, wie selbstverständlich und auch aus den unten mitzutheilenden Versuchen ersichtlich, die Viscosität durch die Temperatur sehr stark beeinflusst wird, so muss immer bei derselben Temperatur, sage  $15^{\circ}$ , beobachtet werden. Im Beobachtungszimmer wird wohl selten eine niedrigere, häufiger eine höhere Temperatur herrschen. Man stellt dann den

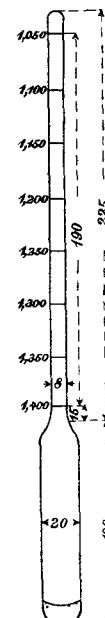


Fig. 148.

<sup>2)</sup> Nach den obigen Angaben kann man sich solche Instrumente überall leicht anfertigen lassen oder selbst herstellen. Herr Glasbläser Ernst Stadelmann, Neumarkt, Zurich, liefert diese „Theerprüfer nach Lunge“ zu 2 Fr. das Stück oder 1 Fr. 80 Cent. bei Bezug mehrerer Instrumente.

Cylinder in ein grösseres Gefäss mit kaltem Wasser und lässt ihn darin, bis er die Temperatur von 15° angenommen hat, was durch häufiges Auf- und Abfahren mit dem Drahtrührer sehr beschleunigt wird. Dann können die Versuche beginnen. Man bedient sich bei denselben eines Stativs mit einer Klammer (am bequemsten einer Federklammer), an der der Theerprüfer über dem Cylinder schwebend erhalten wird. (Man könnte meinen, dies geschähe besser durch Anbringung eines Gashakens u. dgl. am Oberende des Theerprüfers, aber ich glaubte wegen der schwierigeren Reinigung hiervon absehen, und dieses Ende einfach abrunden zu sollen.) Man taucht nun den Theerprüfer bis gerade zu dem Punkte 1,250 ein, zieht ihn wieder heraus und lässt ihn, in der Klammer über dem Cylinder schwebend, 3 Minuten lang abtropfen. Erst dann führt man die Versuche aus. Es ist nämlich ein Unterschied von einigen Secunden zwischen dem Einsticken eines gereinigten und dem eines mit Theer benetzten Theerprüfers, und da man jedenfalls mehrere Beobachtungen hintereinander machen muss, so ist es viel einfacher, diese mit dem mit Theer benetzten Instrumente anzustellen, als dasselbe jedesmal frisch zu reinigen.

Nun nimmt man eine Uhr mit Secundenzeiger in die eine, den Theerprüfer in die andere Hand, hält den letzteren so, dass sein unteres Ende die Oberfläche des Theers eben berührt, und lässt in dem Augenblitche los, wo eine ganze Minute anfängt. Man wird finden, dass das Einsticken sehr rasch stattfindet, bis der verengerte Theil des Instrumentes erreicht ist und dann bedeutend langsamer vor sich geht. Wenn das Instrument sich schief stellt und an die Wand des Cylinders anstösst, so bringt man es durch sanften Seitenschub ohne jeden Druck nach unten in senkrechte Lage, was keinen merklichen Fehler verursacht. Im Augenblitche, wo der Punkt 1,250 erreicht ist, liest man die Secundenzahl ab, hebt sofort das Instrument heraus und lässt es wieder 2 bis 3 Minuten abtropfen, ehe man eine neue Beobachtung macht. Man sollte jedenfalls 3 bis 4 oder noch mehr Beobachtungen machen, die auf 2 bis 3 Secunden übereinstimmen müssen.

Ich habe den Punkt 1,250 gewählt, weil dieser genügend weit unter dem spec. Gewichte eines normalen, präparirten Theers (höchstens 1,200) liegt. Das Einsticken erfolgt nämlich schliesslich so langsam, dass der Zeitpunkt, an dem der Theerprüfer in der Stellung eines Aräometers zum Stillstande kommt, gar nicht mit irgend welcher

Genauigkeit festzustellen ist. Selbstverständlich würden ja auch bei verschiedenen Producten von verschiedenem specifischen Gewichte ganz abweichende Spindellängen zur Wirkung kommen, wenn man bis zu diesem Ruhepunkte gehen wollte, was, wie wir sehen werden, völlig unbrauchbare Daten ergeben würde. Ebenso selbstverständlich ist es aber, dass man den „Theerprüfer“, wenn man von einer Bestimmung der Viscosität absieht, durch Einsinken bis zum Stillstande zur Bestimmung des spec. Gewichtes verwenden kann, für welchen Zweck ich ihn ja gerade bis 1,050 eintheilen lasse. Natürlich werden solche Bestimmungen des spec. Gewichtes nicht so genau wie die unter No. 1 beschriebenen ausfallen, haben aber für die Praxis den grossen Vortheil, dass man keine Waage dazu braucht (die ja eine feine Analysenwaage sein müsste).

Wenn man genau nach den oben gegebenen, übrigens sehr leicht einzuhaltenden Vorschriften verfährt, so sind die Ergebnisse der Versuche sehr gut übereinstimmend. Ich habe absichtlich von Herrn Stadelmann gleich 4 Theerprüfer anfertigen lassen, um mich zu überzeugen, ob die oben angeführten kleinen Unterschiede im Gewicht der Instrumente einen merklichen Einfluss ausüben; dass dies nicht der Fall ist, zeigen die folgenden Versuchsreihen:

Theer A. Temperatur 15°. Spec. Gewicht bei 18° 1,16.

Theerprüfer No. 1	35"
	34"
	36"
	36"
- No. 2	35"
	37"
- No. 3	36"
	36"
	35"
- No. 4	36"
	37".

Derselbe Theer. Temperatur 24,5°.

Theerprüfer No. 1	10"
	11"
	11"
- No. 2	11"
	11"
- No. 3	10"
	11"
- No. 4	11"
	12"
	12".

Sehr bezeichnend sind folgende Versuche mit demselben Theer, bei denen man den Theerprüfer (No. 1) bis zum spec. Gew. 1,200, also nur um 27 mm tiefer, einsinken liess, wobei aber gerade die doppelte Zeit gebraucht wurde:

15°	19°	23,5°
72"	41"	22"
73"	40"	24"
74"	42"	22"
74"	40"	22"
		23".

Theer B. Spec. Gew. bei 20°: 1,199.

Viscosität bei 15°		bei 22°	bei 23,5°	
No. 1	No. 3	No. 1	No. 3	No. 1
72"	70"	40"	40"	33"
69"	70"	41"	41"	32"
69"	71"	40"		33"
70"	69"			

Für gewöhnliche Fälle, d. h. für normalen „präparirten Theer“, wird man, wie ich nach obigen Versuchen glaube annehmen zu dürfen, die Viscositätsprobe mit dem „Theerprüfer“ als eine sehr brauchbare Prüfungsmethode anwenden können, natürlich unter der Voraussetzung, dass man mit genügend gleichförmigen Instrumenten und immer bei derselben Temperatur arbeitet. Man beachte, dass bei Theer A die Viscositätszahl bis 15° im Mittel = 36", bei 24,5° aber nur 11" ist. Ebenso bei Theer B bei 15° 70", bei 22° 40"; bei nur 1,5° mehr aber betrug sie nur 33".

Wie zu erwarten, ist die Viscosität des viel schwereren Theers B viel grösser (etwa doppelt so gross) als die des Theers A. Der Theer C war überhaupt gar nicht auf diesem Wege zu untersuchen; er ist bei gewöhnlicher Temperatur kaum flüssig und brauchte bei 23,5° zum Einsinken bis nur 1,350 schon 21 Minuten. Bis zu 1,250 hätte er jedenfalls mehrere Stunden gebraucht.

3. Menge der flüchtigen Bestandtheile. Es scheint hier am nächsten zu liegen, einfach vorzuschreiben, dass ein präparirter Theer bei einer bestimmten Temperatur so und so viel Procente Destillat abgeben müsse. Aber die praktische Durchführung dieser Untersuchungsmethode bietet fast unüberwindliche Schwierigkeiten dar. Es handelt sich hier um Körper, deren Siedepunkt zum Theil über demjenigen des Quecksilbers liegt. Nicht nur würden die dazu verwendeten Thermometer, selbst aus „Resistenzglas“ u. dergl., bei öfterem Gebrauch ihre Zuverlässigkeit verlieren, und die fortwährende Erneuerung dieser theuren Thermometer die Methode zu kostspielig machen, sondern sie würde, auch bei richtiger Temperaturmessung, in verschiedenen Händen und bei auch nur geringfügigen Abweichungen in der Form der Apparate und der Art der Erhitzung ganz und gar verschiedene Resultate ergeben. Ich habe es daher vorgezogen, eine andere Methode anzuwenden, die freilich etwas umständlicher scheint, dafür

aber stets gleichförmige Resultate geben muss. Man destillirt 100 g des Theers aus einer schwer schmelzbaren, mit Asbestpapier umwickelten, tubulirten Retorte über freiem Feuer, bis eine bestimmte Menge von Destillat herübergekommen ist, das man in einem graduirten Cylinder auffängt; hierauf bestimmt man das spec. Gewicht des Destillates und nach dem völligen Erkalten und Zerschlagen der Retorte das spec. Gewicht und den Erweichungspunkt des zurückbleibenden Pechs (letzteren nach meinem „Steinkohlentheer und Ammoniak“, 3. Aufl., S. 259). Wenn der erste Versuch nicht ein normales mittelhartes Pech als Rückstand ergibt, so wiederholt man ihn, indem man, den Umständen entsprechend, etwas mehr oder weniger weit destillirt. Dieser zweite, jedenfalls aber ein dritter Versuch wird sicher zu dem gewünschten Ziele führen.

Die Ausführung der Methode wird durch die folgenden Beispiele erläutert werden.

Theer A. 1. Man beschickt die vorher tarirte Retorte, indem man den (nöthigenfalls durch Erwärmen dünnflüssig gemachten) Theer durch einen Trichter in den Tubulus eingesst und schliesslich auf einer 0,05 g anzeigen den Waage bis 100 g geht. Abdestillirt wird 50,2 cc Öl, vom spec. Gew. 1,063, also 53,4 Proc. vom Theer. Das Pech hat das spec. Gew. 1,2938 bei 23°, ist im Bruch mattglänzend und zeigt in siedendem Wasser (98°) noch keine Erweichung, ist also entschieden hartes Pech, was die Kauprobe bestätigt.

2. Abdestillirt 44 cc Öl, vom spec. Gew. 1,040 = 45,7 Proc. Das Pech hat das spec. Gew. 1,2852 bei 20°, ist bei 73 bis 75° schwer knetbar, bei 90° stark erweicht, bei 98° geschmolzen, also immer noch etwas zu hart; Kauprobe auch noch = Hartpech.

3. Abdestillirt 40 cc vom spec. Gew. 1,041, also 41,6 Proc. Das Pech hat das spec. Gew. 1,2704 bei 23°; es zeigt sich bei der Kauprobe mittelhart, ist bei 50° schwer knetbar, bei 60° gut erweicht und fällt bei 80° vom Draht herab. Es ist also eher etwas weniger als mittelhart.

Ich würde demnach sagen, dass dieser präparirte Theer etwa aus 43,5 Proc. Öl (als Mittel der Proben 2 und 3) und 56,5 Proc. mittelhartem Pech besteht, das wir als „Normalpech“ bezeichnen wollen (Erweichung bei etwa 60°, Schmelzpunkt etwa 90°).

Theer B. Abdestillirt 35 cc vom spec. Gew. 1,040 = 36,4 Proc. (Es wurde wegen der grösseren Viscosität und des höheren spec. Gewichtes gleich weniger Öl abdestillirt.)

Das Pech hat das spec. Gew. 1,3007 bei  $18^{\circ}$ ; Kauprobe mittelhart, erweicht bei  $60^{\circ}$ , bei  $74^{\circ}$  stark, fällt bei  $92^{\circ}$  vom Draht herab, ist also sofort als „mittelhart“ zu bezeichnen. Der Theer besteht mithin aus 36,5 Proc. Öl und 63,5 Proc. Normalpech.

Theer C. 1. Abdestillirt 31,2 cc vom spec. Gew. 1,048 = 32,7 Gew.-Proc. Öl. Vom Rückstande ist die untere Hälfte grauer, poröser Koks, die obere Pech vom spec. Gew. 1,3036 bei  $18^{\circ}$ , bei  $98^{\circ}$  sehr schwer knetbar, hiernach und nach der Kauprobe als Hartpech zu bezeichnen.

2. Abdestillirt 19,9 cc vom spec. Gew. 1,050 = 20,9 Gew.-Proc. Öl. Pech: spec. Gew. 1,3047, nach Kauprobe mittelhart, anfangende Erweichung bei  $52^{\circ}$ , stark erweicht bei  $63^{\circ}$ , bei  $75^{\circ}$  beinahe geschmolzen, also eher weniger als mittelhart. Dieser Theer ist zu schätzen als bestehend aus 23 Gew.-Proc. Öl und 77 Proc. mittelhartem Pech.

Wir haben uns nun überzeugt, dass drei Muster von „präparirtem Theer“ aus verschiedenen Fabriken wirklich sehr verschiedene Eigenschaften zeigen, die ich im Folgenden zusammenstellen will.

	A	B	C
Spec. Gew. .	bei $18^{\circ}$	bei $23^{\circ}$	bei $20^{\circ}$
Viscositätszahl	1,164	1,197	1,2424
bei $15^{\circ}$ mit dem „Theerprüfer“ . .	36 "	70 "	$\infty$
Fluchtige Bestandtheile, neben mittelhartem Pech . . .	43,5 Proc.	36,5 Proc.	23 Proc.

Wie man sieht, gehen die drei untersuchten Eigenschaften durchaus in den zu erwartenden Richtungen mit einander parallel. Der specifisch leichteste Theer zeigt die grösste Dünnglüssigkeit und die grösste Menge Destillat, wenn man bis zu mittelhartem Pech geht; der specifisch schwerste ist überhaupt noch kaum flüssig zu nennen und ergibt die geringste Menge Destillat; der dritte Theer steht in allen Beziehungen in der Mitte.

Bei Abschlüssen über präparirten Theer wird man nun ganz bestimmte Bedingungen vorschreiben können, also etwa ein gewisses Maximum von specifischem Gewicht und Viscositätszahl mit dem Theerprüfer und ein gewisses Minimum von Destillat. In vielen Fällen wird man sich die umständlichste der 3 Proben, die Destillation, erlassen können, da schon das spec. Gewicht und die Viscosität zur Beurtheilung der Qualität genügen werden. Welches nun

die Maxima und Minima sein sollen, wird man der Vereinbarung überlassen müssen, da gewiss für verschiedene Zwecke auch verschiedene Flüssigkeitsgrade am passendsten sein werden. Jedenfalls besitzt man nun eine brauchbare und leicht anwendbare Prüfungsmethode für präparirten Theer und analoge Fälle.

### Über das Verhalten von neutralem und basischem Bleiacetat gegen kohlensaures, schwefelsaures und phosphorsaures Natrium in Abwesenheit von Zucker.

Von  
Arthur Borntraeger.

Vor der Bestimmung der reducirenden und nicht reducirenden Zuckerarten in Flüssigkeiten pflanzlichen oder thierischen Ursprungs wird häufig eine Befreiung der letzteren von Farbstoffen und anderen störenden Substanzen vorgenommen, wozu sehr oft Bleiessig, d. i. eine Lösung basischer Bleiacetate, in Anwendung kommt. Der Zusatz eines gewissen Überschusses an Bleiessig wird in der Regel schwer zu vermeiden sein. Dieses überschüssige basische Bleiacetat geht, wenigstens theilweise, in das neutrale Salz über, wenn die auszufällende Flüssigkeit freie Säuren oder saure Salze enthält (Most, Wein u. s. w.). Häufig ist vorgeschlagen worden, das Blei aus den Filtraten zu entfernen, und zwar entweder mit kohlensaurem oder mit schwefelsaurem Natrium, um so seinen Einfluss<sup>1)</sup> auf die Ergebnisse der Bestimmung der reducirenden Zuckerarten auszuschliessen.

Nach dem Gesagten erschien es mir von Interesse, das Verhalten von Bleizuckerlösung und Bleiessig einerseits gegen Soda und neutrales Natriumsulfat andererseits näher festzustellen. Ich habe daher in diesem Sinne Versuche angestellt und zwar zunächst in Abwesenheit von Zucker. Außerdem untersuchte ich auch das Verhalten des Dinatriumphosphats gegen die Bleiacetate. Das verwendete kohlensaure, schwefelsaure und phosphorsaure Natrium reinigte ich durch wiederholtes Umkristallisiren aus filtrirten Lösungen. Das Gleiche geschah mit dem Bleizucker, und zwar hier thunlichst unter Ausschluss der Kohlensäure der Luft, um die Bildung von kohlensaurem Blei und freier Essigsäure zu vermeiden (siehe weiter unten). Den Bleiessig — Liquor plumbi

<sup>1)</sup> Vgl. bei Borntraeger (d. Z. 1892, 293, 333) über jenen Einfluss bei Milch- und Invertzucker enthaltenden Lösungen.