

phil ist, so bleiben die vom Saponin umhüllten Chromchloridteilchen nicht an der Grenzschicht, sondern begeben sich ins Wasser. Auch sonst ist technisch bekannt, daß man mit Stoffen wie Seifen, Saponinen und dergleichen schwer benetzbare feste Pulver besser benetzbar machen kann. Unter Umständen genügen winzige Mengen des Fremdstoffes, um diese Wirkung hervorzurufen. Da sich die Benetzbarekeiten verschiedener fester Stoffe durch einen solchen Fremdstoff in verschiedenem Maße beeinflussen lassen, der eine z. B. bei kleineren Konzentrationen bereits von der Grenzfläche weggezogen wird als der andere, so kann man in dieser Weise eine Trennung zweier fester Stoffe erreichen, die, beide hydrophob, im reinen Zustande an der Grenzfläche haften würden.

Zum Schluß möchte ich noch auf eine weitere Möglichkeit eingehen, wie man kolloidchemisch zwei feste Stoffe trennen kann, ohne dazu eine zweite Flüssigkeitsphase nötig zu haben. Stoffe wie Seifen, Saponine und dergleichen wirken bekanntlich emulgierend. Sie werden an festen Grenzflächen adsorbiert, umhüllen sie und rufen so eine Trennung etwa aneinander haftender fester Teilchen hervor. Abgesehen davon, daß in dieser Weise gröbere, aus einer größeren Zahl von festen Körnchen bestehende Teilchen in diese einzelnen Körnchen aufgeteilt werden, wird auch anscheinend die Fallgeschwindigkeit derartig umhüllter Körnchen unmittelbar verändert. Wenn man z. B. ein Gemenge von gepulvertem Bleiglanz und Zinkblende in reinem Wasser aufschlämmt, so fällt es rasch, rascher als der reine Bleiglanz allein fallen würde, weil sich Bleiglanz- und Zinkblendenkörnchen zum Teil zu größeren Flocken zusammenlagern. Gibt man eine geeignete Kolloidlösung hinzu, zu denen z. B. auch manche Farbstofflösungen wie die des Kongorots und dergleichen, gehören, so bleiben die Teilchen voneinander getrennt, und die Unterschiede in den Fallgeschwindigkeiten sind so groß, daß sich der Bleiglanz in wenigen Minuten absetzt, während die Zinkblende stunden- ja tagelang in der Schwebel bleibt. Diese Beobachtungen stammen von Professor N a t h a n s o h n, der an unserem Institut mit der kolloidchemischen Untersuchung dieser Schwimmverfahren beschäftigt ist. Ich habe in diesen beiden Röhren ein Gemisch von Bleiglanz und Zinkblende einmal in reinem Wasser, das andere Mal in einer geeigneten Kolloidlösung, und Sie sehen, wie nach kräftigem Umschütteln tatsächlich in der kolloidhaltigen Lösung eine ausgesprochene Trennung der beiden Sulfide erzielt wird.

Auf die Schwierigkeiten, denen man bei diesen Schwimmverfahren begegnet, will ich nicht näher eingehen. Es handelt sich namentlich um den geeigneten Grad der Zermahlung und um die Störungen durch etwa im benutzten Wasser vorhandene Fremdstoffe. Als ihr besonderer Vorteil muß hervorgehoben werden, daß die Versuchsbedingungen äußerst mannigfaltig und biegsam sind, so daß man eine verhältnismäßig große Auswahl an Kunstgriffen hat, mit denen man einer etwa auftretenden Schwierigkeit entgegentreten kann, zumal da man kaum begonnen hat, die hier vorliegenden Fragen wissenschaftlich zu bearbeiten. Selbstverständlich sind diese Verfahren nicht auf die Erzaufbereitung beschränkt; es gibt gewiß manche andere Fälle in der Technik, bei denen man sie erfolgreich wird anwenden können.

[A. 92.]

Urteerbestimmungen mit einem Aluminiumschwelapparat.

Von FRANZ FISCHER und HANS SCHRADER.

(Mitteilung aus dem Kaiser-Wilhelm-Institut für Kohlenforschung, Mülheim-Ruhr.)

(Eingeg. 12./5. 1920.)

Da die Bedeutung der Urverkokung für die Verwertung unserer Kohlen in immer weiteren Kreisen der Wissenschaft und Technik erkannt wird, und sich in nächster Zukunft die Prüfung hinsichtlich der Geeignetheit für eine solche Verwertung auf sämtliche Arten der geförderten Kohlen erstrecken wird, so besteht das lebhafte Bedürfnis nach einem Laboratoriumsapparat, mit dem auch ungeübtere Hände innerhalb kurzer Zeit feststellen können, wieviel Teer, Wasser und Koks als Ausbeute bei der Verkokung bei möglichst niederer Temperatur aus den Kohlen erhalten wird.

Der Drehtrommelapparat¹⁾, der im hiesigen Institut für die Urverkokung der Kohlen konstruiert und für die systematische Arbeit „Untersuchung der deutschen Steinkohle auf ihr Verhalten bei der Tieftemperaturverkokung“²⁾ benutzt wurde, hat sich zwar für die Gewinnung größerer Mengen der betreffenden Verkokungsprodukte ausgezeichnet bewährt und wird für präparative Zwecke stets seinen Wert behalten, stellt jedoch, abgesehen von der Kostspieligkeit seiner Anschaffung, gewisse Ansprüche bezüglich seiner Bedienung und nimmt auch für eine Bestimmung stets mehrere Stunden in Anspruch.

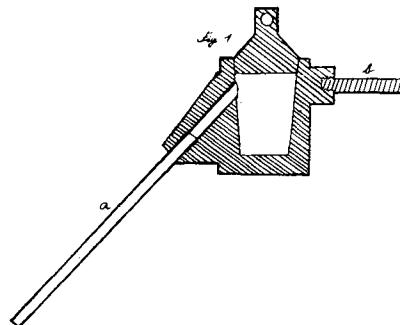
¹⁾ Vgl. Abh. Kohle 1, 123 [1917]; 3, 252 [1919].

²⁾ Vgl. Abh. Kohle 3, 1, 248, 270 [1919].

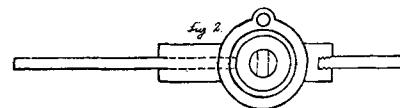
Bisher wurde für die Ermittlung der Urteerausbeute in kleinem Maßstabe vielfach die in der Braunkohleerindustrie übliche Methode der Schwelanalyse angewendet, die darin besteht, daß man das zu verschwelende Material aus einer schwer schmelzbaren Glasretorte destilliert³⁾. Die Verwendung des Glasgefäßes bringt hierbei verschiedene Nachteile mit sich. Wegen der schlechten Wärmeleitfähigkeit des Glases liegt die Gefahr nahe, daß bei nicht ganz vorsichtigem Erhitzen eine örtliche Überhitzung der Kohle und des Teers an den der Flamme zugekehrten Teilen der Retortenwandung stattfindet. Bei gelindem Erhitzen dagegen verläuft die Wärmeübertragung auf den Retorteninhalt nur langsam. Ferner bedingt die Zerbrechlichkeit des Gefäßmaterials eine gewisse Unsicherheit beim Arbeiten, zumal bei mehrmaliger Benutzung derselben Retorte, und einen erheblichen Materialverbrauch, der unter jetzigen Verhältnissen besonders ins Gewicht fällt. Wir haben deshalb einen Apparat konstruiert, der nach Möglichkeit diese Übelstände vermeidet.

Der Apparat.

Derselbe besteht im wesentlichen aus einem retortenartigen Hauptteil aus Metall und einem als Vorlage dienenden Destillationskölbchen: Fig. 1 gibt den Apparat im Durchschnitt, Fig. 2 schematisch



tisch in der Ansicht im Maßstab 1 : 3 wieder. Fig. 3 ist eine photographische Wiedergabe des für einen Versuch fertig aufgestellten Apparates. Als Material für das Erhitzungsgefäß wurde Aluminium



gewählt. Hierfür waren verschiedene Gründe ausschlaggebend. Einmal wird infolge der ausgezeichneten Wärmeleitfähigkeit des Aluminiums die von der Flamme hauptsächlich dem Boden zugeführte

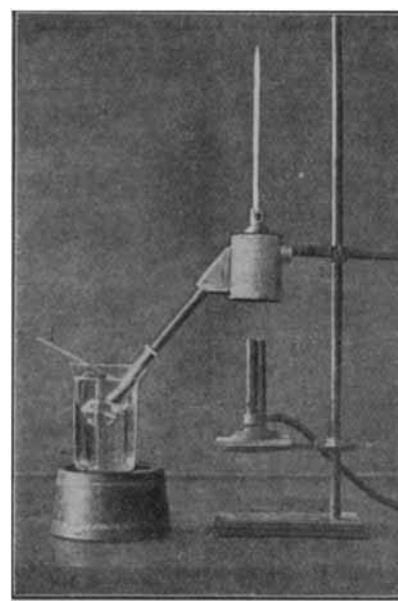


Fig. 3.

Wärme schnell über das ganze Gefäß und selbst in den Deckel abgeleitet, der deshalb besonders dick gehalten und mit breiter Fläche in die Öffnung eingeschliffen ist. Dadurch wird der Inhalt von allen Seiten möglichst gleichmäßig erhitzt und eine örtliche Überhitzung

³⁾ Vgl. z. B. Gräfe, Laboratoriumsbuch für die Braunkohleerindustrie. Halle 1908, S. 20.

einzelner Teile ausgeschlossen. Zugleich ist aber auch eine gewaltsame Überhitzung der gesamten Retorte durch den tiefen Schmelzpunkt des Aluminiums (657°) unmöglich gemacht. Eine Erhitzung des Urteeres auf Temperaturen über $550-600^{\circ}$ führt bekanntlich zu einer Veränderung der Bestandteile desselben zum aromatischen Teer hin, die sich insbesondere in dem Auftreten von Naphthalin kundgibt. Der Schmelzpunkt des Aluminiums bildet die Grenze der möglichen Erhitzung, denn bei dieser Temperatur würde der Block beginnen zu schmelzen und abzutropfen. Im übrigen ist das Aluminium wegen seiner Leichtigkeit ein sehr handliches und infolge seiner durch eine dünne Oxydhaut geschützten Oberfläche ein sehr sauberes Gefäßmaterial. Die innere Retortenwandung zeigt eine konische, sich nach oben erweiternde Form, so daß der Verkorkungsrückstand ohne Mühe durch leichtes Aufschlagen der umgekehrten Retorte daraus entfernt werden kann. Die in das Destillationsrohr a ausmündende Nase beugt einer Überhitzung des ersten vor, die leicht eintreten würde, wenn das Rohr unmittelbar in die z y l i n d r i s c h e Retorte eingeführt und den daran aufsteigenden Flammengasen ausgesetzt wäre. Die Bohrung der Nase bildet mit dem eingeschraubten Messingrohr⁴⁾ einen völlig geraden Austrittskanal für die Destillationsprodukte, so daß man hindurchsehen und ihre Reinheit leicht kontrollieren kann. In der Retortenwandung ist eine Bohrung für ein Thermometer angebracht; die Wandung ist an dieser Stelle halbkreisförmig nach außen verstärkt, um eine rasche Ableitung der zu geführten Wärme zu bewirken und eine Überhitzung des Thermometers zu vermeiden. b ist ein zylindrischer Eisenstab, der in einen Ansatz der Retorte eingeschraubt ist, und der dazu dient, den Apparat an jedem gebräuchlichen Stativ befestigen zu können⁵⁾.

A u s f ü h r u n g e i n e r B e s t i m m u n g .

Nach einer Reihe von Vorversuchen sind wir dazu gelangt, die Durchführung einer Bestimmung folgendermaßen vorzunehmen:

Die gepulverte Kohle wird in gewogener Menge, etwa 20 g, in die Retorte eingefüllt; darauf d r e h t⁶⁾ man den Deckel mittels eines kurzen Eisenstabes, der in die Bohrung des Deckelknopfes paßt, leicht ein, wodurch ohne weiteres ein genügend dichter Verschluß erzielt wird. Dann steckt man ein bis zu 550° brauchbares Thermometer⁷⁾ in die dazu bestimmte Bohrung und legt als Vorlage das gewogene Kölbchen vor, das bis nahe zu seinem Destillieransatz in das Kühlwasser eintauchen soll. Die Klammer, die sich auf dem Abflußrohr der Retorte befindet, wird derartig verschoben, daß das Ablaufrohr etwa 1 cm in das kugelige Gefäß des Kölbchens hineinragt. Nun wird der Aluminiumblock mittels Dreibrenner derart auf $500-520^{\circ}$ erhitzt, daß diese Temperatur in etwa 30 Minuten erreicht wird. Die Temperatur von 500° wird so lange gehalten, bis das Abtropfen von Teer in die Vorlage aufgehört hat. Das ist ungefähr 15 Minuten später, also nach 45 Minuten von Beginn des Erhitzens an geschehen. Zur Gewinnung des in den kälteren Teilen des Ablaufrohres der Retorte abgesetzten Teeres erhitzt man dasselbe mit einer kleinen Flamme gelinde, indem man zugleich das Kölbchen unter die Öffnung hält. Durch Wägen des Kölbchens⁸⁾ erhält man das Gewicht Wasser + Teer. Das Wasser kann auf verschiedene Weise, z. B. nach der bekannten Methode durch Destillation mit Xylol oder durch Zentrifugieren ermittelt werden.

Wir haben die Wasserbestimmung meist durch Destillation mit Xylol ausgeführt und sind dabei folgendermaßen verfahren: 10 bis 15 ccm Xylol wurden zum Teer-Wassergemisch in das Kölbchen gegeben. Darauf destillierte man unter Benutzung eines kleinen Kühlers und eines in $1/10$ ccm geteilten Meßzylinders als Vorlage so lange, bis kein Wasser mehr überging, d. h. keine Trübung des Kondensates mehr zu erkennen war, und die Wassermenge in der Vorlage nicht mehr zunahm. Nötigenfalls wurde die Destillation nach erneuter Zugabe von Xylol, ohne die Vorlage zu wechseln, nochmals wiederholt. Das Wasser setzt sich mit scharfem Meniscus vom Xylol ab und läßt sich

⁴⁾ Das Destillationsrohr mußte infolge der guten Wärmeleitungsfähigkeit des Messings ziemlich lang gemacht werden, damit der in das Kölbchen hineinragende Teil nicht mehr allzu heiß wird; bei Verwendung eines weniger gut leitenden Materials könnte man mit einem kürzeren Rohr auskommen. Eine künstliche Kühlung des Rohres, etwa durch Wasser, wäre nicht zweckmäßig, da sich dann der Teer innerhalb des Rohres ansetzen würde.

⁵⁾ Der Aluminiumapparat (D. R. G. M. 742 090) kann einschließlich des bis 550° zeigenden Thermometers und passender Vorlagen von dem Feinmechanikermeister des Institutes, A. H o f e r, bezogen werden. Auf Wunsch wird der Apparat mit einem durch den Deckel geführten Rohr zum Durchleiten von Wasserdampf oder Gas geliefert.

⁶⁾ Sollte durch Beschädigung leichterer Art der Deckel nicht mehr dicht schließen, so kann man ihn mit einem Tropfen Öl leicht wieder einschließen.

⁷⁾ Natürlich kann die Temperaturmessung ebenso zweckmäßig mittels Thermoelement, z. B. Kupfer-, Nickel- und Millivoltmeter erfolgen.

⁸⁾ Aus weiter unten angeführten Gründen genügt es, die Wägung auf einer Handwage mit einer Genauigkeit von 0,01 g auszuführen.

gut ablesen. Die Menge des Teers ergibt sich aus der Differenz (Wasser + Teer) — Wasser.

Als Destillationsrückstand befindet sich im Kölbchen der Teer⁹⁾ mit etwas Xylol vermischt. Der Gehalt des Teeres an Phenolen kann auf folgende Weise ermittelt werden: Man wägt den Kolben mit dem Rückstand, nimmt letzteren mit Äther auf, schüttelt die Lösung mit $2^{1/2}$ n. Natronlauge aus, trennt von der Lauge ab und gießt durch ein trockenes Filter; die Lösung wird in ein gewogenes Kölbchen gebracht, der Äther abdestilliert und das Kölbchen nebst Rückstand wieder gewogen. Man hat somit einerseits die Teermenge mit, andererseits ohne Phenole bestimmt und findet aus dem Unterschied das Gewicht der Phenole.

D i e V e r s u c h s e r g e b n i s s e .

Die Ergebnisse der Methode sind für die Beurteilung der technischen Aufarbeitung durchaus hinreichend. Gewisse Differenzen werden bei der Kondensation des Teeres und des Wassers dadurch auftreten, daß der gleichzeitig entweichende Gasstrom bei schwächerer Kühlung des vorgelegten Kölbchens oder schnellerer Strömung infolge schnelleren Erhitzens der Retorte mehr von den leichtflüchtigen Destillationsprodukten mitführen wird. Bei besonders genauen Versuchen wird man daher möglichst gleich schnell anheizen und das Kölbchen mit Eis kühlen müssen.

Mit einer prozentual größeren Ungenauigkeit ist naturgemäß die Bestimmung der Phenole belastet. Wenn eine Kohle 10% Urteer liefert, und letzterer 50% Phenole enthält, so werden aus 20 g Kohle 2 g Urteer mit einem Gehalt von 1 g Phenolen erhalten. Es würde also eine Differenz von 0,05 g bei der Bestimmung der Phenole bereits 5% der Menge derselben ausmachen. Von dieser Größenordnung sind die Differenzen, die leicht infolge der Flüchtigkeit des Xylols und Teers beim Abdampfen des Äthers auftreten können abhängig, und es ist daher geboten, das Erhitzen nur so lange fortzusetzen, als zum Verjagen des Äthers eben nötig ist. Ferner bildet sich beim Ausschütteln der ätherischen Urteerlösung mit Natronlauge in letzterer ein flockiger, dunkelbrauner Niederschlag, um dessen Gewicht die Phenolmenge zu groß gefunden wird. Dieses Gewicht, bei einigen Versuchen durch Abfiltrieren, Auswaschen mit Wasser und Trocknen ermittelt, betrug 0,05—0,1 g.

Infolge der Flüchtigkeit eines Teiles des Teeres und der Ausscheidung des Niederschlages beim Ausschütteln der Phenole wird man also im allgemeinen die Menge der letzteren leicht etwas zu groß finden und muß diese Tatsache bei der Beurteilung der Ergebnisse berücksichtigen.

Die Flüchtigkeit mancher Urteerbestandteile hat uns veranlaßt, der oben beschriebenen Bestimmung der Urteermenge durch Ermittlung der Wassermenge mittels Xyloldestillation den Vorzug zu geben vor der anscheinend einfacheren Methode, die darin besteht, daß man den Urteer durch Ausäthern vom Wasser trennt und sein Gewicht durch Abdampfen des Äthers bestimmt. Die Trennung von Urteer und Wasser kann auch in der Weise erfolgen, daß man den Teer durch Abkühlung in Eis zum Erstarren bringt und dann das Wasser abgießt; doch bleibt dabei natürlich stets etwas Wasser an den Wandungen hängen. So erhielten wir bei einem Versuch 1,2 ccm statt der 1,4 ccm, die durch Destillation mit Xylol ermittelt waren.

B e i s p i e l .

Die Durchführung einer Bestimmung mag an einem Zahlenbeispiel kurz erläutert werden.

Angewandt 20 g Gasflammekohle von Zeche Lohberg. Das Gewicht des Destillationskölbchens sei mit K bezeichnet.

$$\begin{array}{r} \text{K} + \text{Urteer} + \text{Wasser} = 20,0 \text{ g} \\ \text{K} = 15,9 \text{ g} \end{array}$$

$$\text{Urteer} + \text{Wasser} = 4,1 \text{ g}$$

Mit Xylol destilliert. Es gehen über 1,4 ccm Wasser = 7,0%. Also Urteer = 4,1 — 1,4 = 2,7 g = 13,5%.

Phenolbestimmung:

$$\begin{array}{r} \text{K} + \text{Urteer} + \text{Xylol} = 20,1 \text{ g} \\ \text{K} = 15,9 \text{ g} \end{array}$$

$$\text{Urteer} + \text{Xylol} = 4,2 \text{ g}$$

Das Urteer-Xylolgemisch wird mit Äther aufgenommen und mit $2^{1/2}$ n. Natronlauge ausgeschüttelt; nach dem Filtrieren und Abdampfen des Äthers hinterbleiben:

$$\begin{array}{r} \text{Urteer} + \text{Xylol} — \text{Phenole} = 2,95 \text{ g} \\ \text{Phenole} = 1,25 \text{ g} = 46,3\% \text{ des Urteers.} \end{array}$$

E i n z e l n e V e r s u c h s e r g e b n i s s e .

Auf die oben beschriebene Weise wurden die in folgender Tabelle zusammengestellten Ergebnisse ermittelt. Die von verschiedenen

⁹⁾ Geringe Mengen der leichter flüchtigen Bestandteile des Teeres gehen mit dem Xylol über.

Personen ohne weitere Vorübung mit dem Apparat ausgeführten Bestimmungen ergaben, wie man sieht, eine recht befriedigende Übereinstimmung.

Die Urteerausbeuten in unserem Aluminiumapparat sind, wie man aus der letzten Spalte sieht, fast durchweg etwas höher als die seiner Zeit in unserem Institut mit dem Drehtrommelapparat ermittelten. Letztere waren also noch etwas zu klein, denn zu groß kann ja die Teerausbeute bei sauberem Arbeiten nicht gefunden werden.

Die einstweilen ausgeführten Urverkokungen zeigen jedenfalls, daß der Apparat nicht nur ausreichende Auskunft über Menge und Art des Urteers verschafft, sondern auch über die Menge und Beschaffenheit des Halbkoks eine Orientierung ermöglicht¹⁰⁾.

¹⁰⁾ In den Fällen, wo der Halbkoks ein zusammenhängendes Stück bildet, kann man den Blähungsgrad oder die scheinbare Dichte durch Eintauchen des Stückes in Quecksilber und Messen der verdrängten Menge ermitteln.

Ergebnisse der Urdestillation bei Anwendung von 20 g Substanz.

Beobachter	Substanz	Destillat in % der angewandten Kohle	Wasser %	Urteer %	Halbkoks %	Phenole % des Urteers	Beschaffenheit des Halbkoks	Vergleich mit früheren Drehtrommelergebnissen
T	Anthrazit (Grube Lauerweg) Flöz Merl	0,8	0,8	—	—	—	Pulver	
„	Magerkohle (Zeche Roland) Flöz Geitling	0,8	1,8	—	kein	—	„	
„	Fettkohl (Zeche Osterfeld, Gute Hoffnungshütte) Flöz Albert	2,0	4,5	—	22,0	—	gebacken, nicht gebläht	
K	„	2,0	4,9	86,9	—	—	„	In der Drehtrommel verkocht: 2,8% Wasser, 3,5—3,6% Urteer, 83% Halbkoks, locker zu Kugeln verbacken ²⁾ .
T	Gasflammkohle (Zeche Lohberg bei Dinslaken, Niederrhein)	7,0	12,0	73,0	—	—	gebacken, etwas gebläht	In der Drehtrommel verkocht: 6,3% Wasser, 9,75—11% Urteer, 73—68% Halbkoks, zu Kugeln gebacken. Phenolgehalt des Urteers 45% ³⁾ .
„	„	7,0	13,5	72,5	46,3	—	„	
„	„	—	13,0	—	42,3 ¹⁾	—	„	
„	„	7,0	13,0	—	43,0	—	„	
K	„	6,5	13,85	72,45	—	—	„	
„	„	6,0	13,45	72,95	—	—	„	
„	„	8,0	12,35	70,3	—	—	„	
R	„	8,0	13,8	72,85	—	—	„	
T	Cannelkohle (Gewerkschaft Deutscher Kaiser, Zeche Rhein I), Flöz V	4,5	29,5	—	11,0	zusammenhängend, mürbe	In der Drehtrommel verkocht: 5,1% Wasser, 25,6—29,7% Urteer, 54—55% Halbkoks, leicht gebacken, stark zerfallen, mürbe. 5—10% Phenole im Urteer ³⁾ .	
R	„	3,75	26,1	63,2	—	—	„	
„	Cannelkohle (Zeche Lohberg)	3,5	17,0	70,7	—	zusammenhängende Körner, nicht gebläht, zerbrechlich	In der Drehtrommel verkocht: 5,5% Wasser, 13,5—15,6% Urteer, 68,5—69% Halbkoks, zu Kugeln gebacken ³⁾ .	
T	Cannelkohle (Neuroder Kohlen- und Tonwerke)	3,0	23,0	62,5	16,3	zusammenhängend, mürbe		
„	„	—	23,0	63,0	16,3 ¹⁾	—	„	
S	„	3,5	22,8	64,2	—	—	„	
T	Sächs. Schwelkohle (Ribbeck'sche Montanwerke)	16,0	21,3	46,0	—	—	Pulver	
R	„	16,0	21,5	44,8	—	—	„	
„	Rosenthalkohle (Preichow-Wellmitz)	17,0	6,1	41,5	—	—	„	
T	Rheinische Braunkohle (kleine Unionbriketts)	21,0	7,0	52,4	21,0	—	„	
R	desgl. (große Unionbriketts)	23,0	5,65	54,75	—	—	„	
T	Lignit von Bad Oybin bei Zittau	21,5	6,5	51,5	15,0	—	„	
„	Baggertorf (Elisabethfehn [Oldenburg])	28,5	12,5	39,5	—	lose zusammenbackend, leicht zerfallend		
„	Buchensägeemehl	38,0	18,5	25,0	—	lose zusammenbackend		
R	„	34,25	19,2	23,2	—	—	„	
T	Cellulose (Kahlbaum)	36,0	23,0	21,5	—	zunderartig, zeigt ursprüngl. Struktur		
„	Ölschiefer	3,8	6,0	86,0	—	—	Pulver	
R	„	4,5	6,2	83,75	—	—	„	

¹⁾ Phenolbestimmung ohne vorherige Wasserbestimmung durch Destillation mit Xylol.

²⁾ Ebenda, S. 255.

³⁾ Ges. Abh. Kohle 3, 258 (1919).

In der Tabelle sind zum Schluß einige Ergebnisse aufgeführt, die durch trockene Destillation anderer Substanzen als Kohle, nämlich Lignit, Torf, Holz, Cellulose und Ölschiefer erhalten wurden. Auch für die thermische Zersetzung von organischen Salzen und anderen Substanzen wird der Apparat sehr geeignet sein, da er einerseits eine sehr gleichmäßige Erhitzung gewährleistet, andererseits bestimmte Temperaturen genau innehalten gestattet.

Mülheim-Ruhr, im März 1920.

[Art. 50.]

Anhydrit als Mörtelbildner.

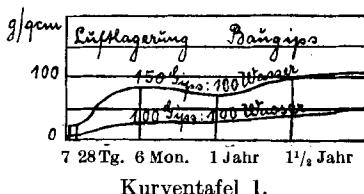
Von FR. HARTNER, Bad-Homburg v. d. H.

(Eingeg. 9./6. 1920.)

In den letzten Jahrzehnten ist ein Mörtelstoff wieder etwas mehr in Aufnahme gekommen, der lange Zeit vollständig in Vergessenheit geraten war, obwohl er früher die vielseitigste Verwendung fand, der langsam bindende Gips. Zu den ältesten Bauten, wie z. B. der Cheops-Pyramide, ist Gipsmörtel verwendet worden, in der Römerzeit und bis ins spätere Mittelalter fand er vielseitige Anwendung zum Bau von Häusern, Kirchen und Burgen und zur Herstellung von Estrichen. An den Überresten dieser, den Unbilden der Witterung durch Jahrhunderte hindurch ausgesetzten Bauten kann man die Festigkeit und Widerstandsfähigkeit des Gipsmörtels bewundern; während der zum Bau benutzte Naturstein häufig stark verwittert ist, sind die Mörtelfugen steinhart und am Stein außerordentlich fest haftend, die Estriche unversehrt.

Dieser Tatsache gegenüber ist es erstaunlich, daß dieses Mörtelmaterial später fast völlig von der Verwendung zu Bauzwecken verschwand, obwohl Rohmaterial zu seiner Herstellung fast überall und in großen Mengen vorhanden ist. Die Gründe dafür sind heute schwer festzustellen. Wahrscheinlich wird die Verwendung des gebrannten Kalkes, den man nach dem Brennen nur abzulöschen und nicht zu mahlen brauchte, für viele Zwecke bequemer gewesen sein, dann mögen die verschiedenen anderen hydraulischen Mörtel und Zemente in Wettbewerb getreten sein, und schließlich mag man sich durch Mißerfolge, die man durch Verwendung von für Mörtelzwecke ungeeignetem Gips (Stuckgips) erzielte, vom Gips abgewandt haben. Derartige Mißerfolge konnten leicht eintreten, da man über die Eigenschaften der auf verschiedene Weise aus demselben Rohstein hergestellten Gipsarten häufig im unklaren war. Stritten sich doch bis in die letzte Zeit hinein sogar Fachleute darüber, welches Produkt beim Brennen bei einer bestimmten Temperatur entsteht, oder welche Temperatur zur Herstellung eines bestimmten Produktes (Estrichgips) einzuhalten ist. Heute ist diese Frage hauptsächlich durch die systematischen Forschungen von Glaser (1918) geklärt, die im wesentlichen zu folgenden Ergebnissen führten.

1. Brennt man Gipsstein ($\text{CaSO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$) bei mäßiger Temperatur (107–170°), so entweichen $1\frac{1}{2}$ Moleküle Wasser, und es entsteht das Halbhydrat des Calciumsulfates, $\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$, der sog. Stuckgips, der mit Wasser angemacht in wenigen Minuten bis längstens einer halben Stunde unter Volumenvergrößerung und Temperaturerhöhung abbindet, aber nur verhältnismäßig geringe Festigkeiten erreicht. Nach Segger und Kramer betrug z. B. die Zugfestigkeit von zehn verschiedenen Stuckgipssorten nach 2 Tagen 6–22, im Mittel 11 kg/qcm, nach 6 Tagen 11–24, im Mittel 16,5 kg/qcm; die Druckfestigkeit nach 2 Tagen 28–132, im Mittel 57,5 kg/qcm, nach 6 Tagen 58–134, im Mittel 91,6 kg/qcm. Schüle (1914) zeigte auf der schweizerischen Landesausstellung in Bern im Jahre 1914 die Druckfestigkeiten von Stuckgips (Bau- und Modellgips) auf nachstehenden Kurventafeln 1–3:



Kurventafel 1.

Eine Zumischung von Sand verträgt der Stuckgips nicht.

2. Erhöht man die Brenntemperatur auf über 170° bis etwa 500°, so entsteht wasserfreier schwefelsaurer Kalk, in der Gipsindustrie löslicher Anhydrit genannt, ein Produkt, das in der Praxis keine Verwendung findet, da es angeblich kein oder nur sehr geringes Erhärtingsvermögen hat.

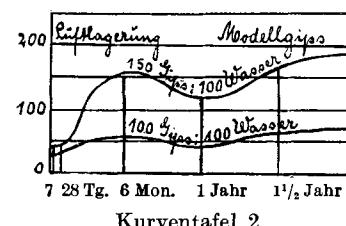
3. Geht man mit der Temperatur noch höher auf über 500–1000°, so entweicht etwas SO_3 und es entsteht der sog. Estrichgips, ein Produkt, das im Gegensatz zu dem vorhergehenden wieder die Fähig-

¹⁾ Tonind.-Ztg. 1908, 1148; 1919, 749, 1912, 401.

²⁾ Tonind.-Ztg. 1914, 1548.

keit hat zu erhärten. Der Estrichgips bindet langsam, oft erst im Laufe mehrerer Tage ab, verlangt bei der Verarbeitung eine besondere Behandlung (Schlagen mit Klopfhölzern einige Tage nach dem Anziehen) und gibt dann gute Festigkeiten. Schüle (1914) gibt dafür folgende Tafel, aus der auch zu ersehen ist, daß der Estrichgips nicht nur in reinem Zustand verwendbar ist, sondern daß er auch mit geringen Mengen von Zuschlagstoffen, Sand u. dgl. verarbeitet werden kann.

Gary (1914) gibt die Druckfestigkeit eines reinen Estrichgipses mit etwa 100 kg/qcm nach 14 Tagen, Kramer (1914) mit etwa 150–180 kg/qcm nach 16 Tagen und mit etwa 170–200 kg/qcm nach 30 Tagen an.



Kurventafel 2.

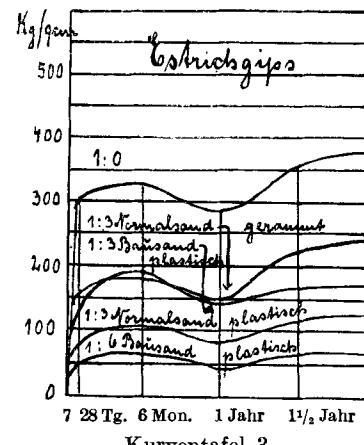
Der letztere (1914) berichtet auch über Versuche, die unter Zuschlägen von Normalsand, Bausand, Kesselschlacke zu dem Estrichgips gemacht wurden, und gibt dafür folgende Zahlen:

Estrichgips	1:1 rein Normalsand	1:2 Bausand	1:1 Bausand	3:1 Kesselschlacke
Nach 16 Tagen	102	115	97	76
Nach 28 Tagen	134	156	109	93

kg/qcm

Der Estrichgips wird, wie schon der Name sagt, heute in der Hauptsache zur Herstellung von Estrichfußböden, dann auch zu Wandverputz und in geringem Maße zur Fabrikation von Kunststeinen verwendet. Als Mörtelstoff in der früher benutzten Art dagegen findet er nur noch örtliche und sehr beschränkte Verwendung.

Er nimmt beim Erhärten in den ersten Monaten bis etwa 12% Krystallwasser (1914) auf, so daß zunächst in erster Linie $\text{CaSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ entsteht, woran sich dann in langsamerem Maße die volle Wasseraufnahme bis zum Dihydrat anschließt. Alte Gipsmörtel von den verschiedenen Stellen sind fast vollständig zu $\text{CaSO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ hydratisiert (1914) und zeigen Druckfestigkeiten von 200–250 kg/qcm.



Kurventafel 3.

Jedem, der sich etwas mit der Gipsindustrie beschäftigt, muß es nun auffallen, daß der in der Natur in ungeheuren Mengen vorkommende wasserfreie schwefelsaurer Kalk, der Anhydrit, der sich von dem löslichen Anhydrit und von dem Estrichgips fast nicht unterscheidet, als Mörtelstoff nicht verwendbar sein soll. Alle Forscher stimmen in ihrem Urteil in dieser Hinsicht überein. So schreibt van Hoff (1914): „Die Umwandlung des Anhydrits in Doppelhydrat geht so langsam vor sich, daß sie für die Praxis nicht besteht und sich nur geologisch zeigt“; Gary (1914): „Dem natürlichen schwefelsauren Kalk, dem Anhydrit, geht die Fähigkeit, mit Wasser zu erhärten, vollständig ab“. Und Moye (1914): „Das Abbinden und Erhärten eines Breies

³⁾ l. c.

⁴⁾ Tonind.-Ztg. 1902, 1121.

⁵⁾ Tonind.-Ztg. 1903, 455.

⁶⁾ Tonind.-Ztg. 1903, 522.

⁷⁾ Tonind.-Ztg. 1903, 523; 1908, 1231.

⁸⁾ Tonind.-Ztg. 1902, 1223; 1907, 73.

⁹⁾ Z. f. physikal. Chem. 1903, 3, 281.

¹⁰⁾ Buch der Erfindungen, VII, S. 62.

¹¹⁾ Heussinger v. Waldegg, Der Gips, II. Aufl., S. 53.