

händler den Pfeffer im Juni 1901 von einem Elberfelder Grosshändler, der seinerseits die Bezugsquelle nicht mehr anzugeben in der Lage war.

Wie ich aus der Litteratur¹⁾ ersehe, haben Fischer und Grünhagen schon früher eine ähnliche Fälschung festgestellt, nur waren die schwarzen Pfefferkörner in jenem Falle mit einem Ueberzug von Thon versehen und es betrug der Aschengehalt dort nur 32,8%. Nicht ohne Verständniss hat der Fälscher im vorliegenden Falle Schwerspath gewählt, der bei nicht allzudicker Umbüllung der schwarzen Pfefferkörner eine bedeutende Gewichtsvermehrung ermöglichte.

Februar 1902.

Probenahme und Wasserbestimmung bei Holzstoff und ähnlichen Stoffen.

Von

Dr. Wilh. Thörner in Osnabrück

Ueber die Probenahme und Wasserbestimmung bei Holzstoff bezw. Cellulose ist vor Kurzem in der Zeitschrift für öffentliche Chemie²⁾ von Dr. E. Falck-Zwickau und von Dr. H. Karstens-Leipzig berichtet und der durchaus zeitgemässe Wunsch ausgesprochen worden, einheitliche Normen für die Probenahme und Untersuchung dieser Rohstoffe der Papierfabrikation zu schaffen.

Da nun auch im hiesigen Laboratorium mehrfach die Bestimmung des Wassergehaltes von Holzstoff unter Selbstentnahme der Proben verlangt wurde, so dürfte es vielleicht nicht ganz ohne Interesse sein, die Verfahren und Apparate, welche hierbei verwendet wurden, kurz zu beschreiben.

Der zu untersuchende Holzstoff befand sich nicht in Ballen, sondern bereits aufgestapelt im Lagerraume der Papierfabrik. Von diesen etwa 1,5 bis 2 m hohen Stapeln wurden nun 5—6 theils aus der Mitte und theils von den Seiten ausgewählt. — Liegt der Holzstoff in Ballen oder Rollen vor, so kann natürlich auch leicht je der zehnte Pack zu diesem Zwecke verwendet werden. — Die ausgewählten Stapel wurden dann abgepackt und aus jedem derselben etwa das sechste Holzstoffblatt von oben, dann eines etwa aus der Mitte und schliesslich eines von den unteren Blättern bei Seite gelegt. Im Grossen und Ganzen verfuhr ich also bei diesem Probeziehen in ganz ähnlicher Weise, wie E. Falck. Die bei Seite geschafften Holzstoffblätter wurden dann mit Hilfe eines Messers, oder auch einfach durch Brechen in 4 gleiche Theile getheilt und je einer dieser Theile bald von der vorderen, bald von der hinteren Seite der Stapel zur Bestimmung des Wassergehaltes verwendet. Zu diesem Zwecke wurden dieselben direkt an Ort und Stelle in 2 bis 4 cm grosse Stücke zertheilt, eine Operation,

¹⁾ Diese Zeitschrift 1901, 4, 782.

²⁾ Zeitschr. öffentl. Chem. 1901, 7, 500 und 1902, 8, 47.

die sich leicht und verhältnissmässig schnell ausführen lässt, und in 260 mm hohe und 130 mm weite aus starkem Zinkblech — welches auch noch verzinkt sein kann — hergestellte und im Laboratorium bereits gewogene Cylinder gefüllt. Die Cylinder wurden zu etwa $\frac{4}{5}$ mit dem zerpfückten Holzstoff angefüllt und fassten dann etwa 1200—1500 g des Rohstoffes. Sie wurden hierauf mit einem ebenfalls aus Zinkblech hergestellten Verschlussdeckel, welcher 60 mm weit über den Cylinder reichte, verschlossen und der Sicherheit wegen die noch bleibende Verschlussfuge während des Transports durch einen flachen Gummiring, wie solche jetzt in allen Buchbinderläden zu haben sind, vollständig abgedichtet. In diesem Zustande konnten die gefüllten Cylinder, von welchen 4 in eine mit Handgriff und Schloss versehene Postkiste eingepasst waren, mehrere Tage aufbewahrt und auch versendet werden, ohne dass ein Wasserverlust zu befürchten war. Im Laboratorium angelangt, wurden die gefüllten Zinkcylinder, die eine passende Grösse besaßen, um bequem auf einer guten Receptirwaage noch gewogen werden zu können, nochmals gewogen und so die in Arbeit genommene Menge des Holzstoffes genau festgestellt.

Der Verschlussdeckel der Cylinder wurde nun durch einen anderen, oben mit Drahtgaze überzogenen Deckel ersetzt und durch eine in der Nähe der Peripherie in dem Drahtgewebe befindliche runde Oeffnung ein etwa 7 mm weites und 360 mm langes Glasrohr bis fast auf den Boden der mit Holzstoff gefüllten Cylinder eingeführt. Hierauf wurden die so zum Austrocknen des Rohstoffes vorbereiteten Cylinder nochmals auf der Receptirwaage genau gewogen und in einen doppelwandigen, quadratischen, aus Eisenblech mit starkem Kupferboden hergestellten Trockenschrank (Fig. 9 zeigt denselben im Querschnitt) in der Weise eingeschoben, dass die Glasröhren aus in der Hinterwand, oder auch in der Thür des Trockenkastens befindlichen, entsprechend angebrachten Oeffnungen hervorragten. Der Trockenschrank besass eine Grösse von 300 mm im Quadrate und enthielt zwei durchlochte Einsatzplatten, so dass vier — natürlich mit entsprechenden Zeichen versehene — Cylinder gleichzeitig getrocknet

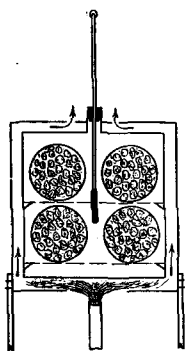


Fig. 9.

werden konnten. Der Trockenschrank war ferner noch mit einer doppelwandigen Thür (Fig. 10, T) und oben neben den verschliessbaren Oeffnungen zur Regulirung der Heizgase noch mit zwei Tuben zur Aufnahme eines Thermometers und eines Wärmeregulators versehen. Die weiteren Einrichtungen dieses gut funktionirenden Trockenschrankes, der natürlich auch zum Trocknen aller möglichen anderen Stoffe benutzt werden kann, sind aus den Figuren 9 und 10 leicht zu ersehen.

Um das Austrocknen der verhältnissmässig grossen Holzstoffmengen wesentlich zu beschleunigen, liess ich während des Erwärmens auf 100—105° einen heissen Luftstrom durch die Cylinder streichen. Das geschah in einfachster Weise, indem die aus dem Trockenschranke hervorragenden Glasröhren (Fig. 10d) durch Gummischläuche mit einer gemeinschaftlichen Regulirflasche A verbunden wurden,

welche wiederum mit einer Wasserluftpumpe B in Verbindung stand. Die ganze Anordnung ist aus der nebenstehenden Figur 10 leicht zu ersehen. Durch die Schraubenquetschhähne a liess sich der Luftstrom in allen Cylindern leicht auf gleicher Stärke erhalten. Durch die kräftig wirkende Luftpumpe wurde die heisse Luft des Trockenschrankes gezwungen, durch das Drahtgewebe in das Innere der Cylinder zu treten und die Holzstoffschicht (WT und HT) der Länge nach zu durchstreichen, um mit Feuchtigkeit gesättigt, durch die am Boden befindlichen Glasröhren wieder abgesogen zu werden. Das Trocknen des Holzstoffes wurde bis zur Gewichtskonstanz der Cylinder fortgesetzt.

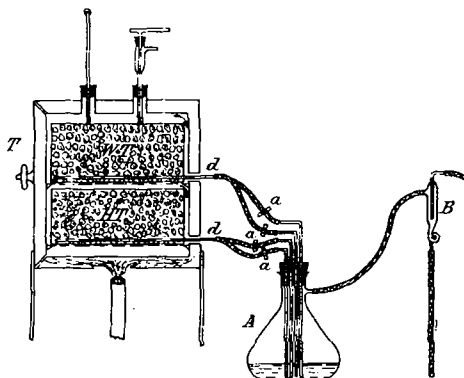


Fig. 10.

Dieselbe Einrichtung brauche ich schon seit etwa 14 Jahren zur Probeziehung und Bestimmung des Wassergehaltes von Koks, Kohlen etc. und es hat mir dieselbe stets durchaus befriedigende Ergebnisse geliefert. Näheres hierüber habe ich in der Zeitschrift „Stahl und Eisen“, 1888, No. 9 mitgeteilt.

Referate.

Allgemeine analytische Methoden und Apparate.

Richard K. Meade: Verfahren zur genauen Herstellung von $\frac{1}{10}$, $\frac{1}{5}$ etc. N.-Salzsäure und Salpetersäure. — Journ. Amer. Chem. Soc. 1901, **23**, 343.

Verf. benutzt das von ihm früher angegebene Verfahren zur Herstellung von Normal-Schwefelsäure durch elektrolytische Zersetzung von Kupfersulfat in den gewünschten Normallösungen äquivalenten Konzentrationen, nunmehr auch zur Herstellung von Normal-Salzsäure und Salpetersäure (Journ. Amer. Chem. Soc. 1901, **23**, 12; diese Zeitschr. 1902, **5**, 20). Als Kathode verwendet Verf. einen Cylinder von Kupferblech (0,015 Zoll stark), der eine Weite von 3 Zoll und eine Höhe von etwa 9 Zoll besitzt, als Anode einen Platindraht. 12,487 g Kupfervitriol ($\frac{1}{10}$ -Äquivalentgewicht) wurden in etwa 500 ccm Wasser gelöst und der Einwirkung eines Stromes von $1-1\frac{1}{2}$ Ampère, 6–8 Stunden in einem Becherglase ausgesetzt. Nach beendeter Elektrolyse wird der Inhalt des Becherglases in eine Literflasche gebracht, das ausgeschiedene Kupfer mehrmals durch Dekantieren ausgewaschen und, soll $\frac{1}{10}$ N.-Schwefelsäure hergestellt werden, der Inhalt der Flasche mit Wasser genau bis zur Marke aufgefüllt. Ist die Herstellung von $\frac{1}{10}$ N.-Salzsäure oder Salpetersäure beabsichtigt, so wird die in der Literflasche befindliche verdünnte Schwefelsäure vor dem Auffüllen mit äquivalenten Mengen von Baryumchlorid (12,215 g) oder Baryumnitrat (13,076 g) ausgefällt und das Volumen der gemengten Flüssigkeiten in der Literflasche auf 1002,6 ccm (2,6 ccm Korrektur