

40286-i



A
39922

A53

6052

ANLEITUNG ZUR AUSFÜHRUNG CHEMISCHER UNTERSUCHUNGEN IN ZUCKERFABRIKEN NACH EINHEITLICHEN METHODEN.

IV. AUSGABE.

Nach einzelnen in den J. 1927—1934 gefaßten Beschlüssen einer Fachkommission zusammengestellt von Dr. Ing. Jiří Vondrák, Verwalter der chemisch-technischen Abteilung des Forschungsinstituts der česchoslovakischen Zuckerindustrie in Prag.

(Ins Deutsche übertragen von Ing. O. Fallada.)

Separat-Abdruck der „Zeitschrift für die Zuckerindustrie
der Čsl. Republik“, Jahrgang 1934/35, Heft 5, S. 41—64.

40286-1



Verleger und Herausgeber „Zentralverein der česchoslovakischen Zuckerindustrie“.

Druck der Průmyslová tiskárna, Praha VII, Dobrovského 29.

1934



Einleitung.

Seit der letzten Ausgabe der „Anleitung zur Ausführung chemischer Untersuchungen in Zuckersfabriken nach einheitlichen Methoden“ sind bereits 6 Jahre verstrichen. Alljährlich erfuhr der Text eine Ergänzung und wurde dem zeitgemäßen Stande der Erfahrungen aus der Zuckersfabriksanalytik angepaßt. Sowurden zahlreiche Methoden für die Zuckergehaltskontrolle in Abfallstoffen eingereiht, es wurde die Anwendung des Konduktometers usw. allgemein eingeführt. Die hauptsächlichsten Änderungen mußten jedoch im Zusammenhang mit den Entschließungen des VIII. Internationalen Kongresses für Zuckersfabrikasanalytik zu Amsterdam im J. 1932 vorgenommen werden, vor allem die Abänderung des Normalgewichtes auf 26·026 g.

Die empfohlenen Änderungen erschienen zwar alljährlich in dem entsprechenden „Nachtrag“, der eigentliche Text der Einheitlichen Methoden wurde dadurch aber ziemlich unübersichtlich; deshalb hat die Kommission für einheitliche Methoden in ihrer Sitzung vom 18. Juni 1934 beschlossen, die in den einzelnen „Nachträgen“ eingeführten oder abgeänderten Vorschriften in den neuen Text der „Anleitung“ einzureihen.

Als die Haupttrichtschnur für die Erzielung verlässlicher Ergebnisse der Betriebskontrolle muß (ähnlich wie in den früheren Ausgaben der „Anleitung“ aus den Jahren 1928, 1921 und 1912) die grundsätzliche Bedeutung einer richtigen Probenahme hervorgehoben werden, ohne welcher der Befund einer selbst auf das genaueste ausgeführten Untersuchung keine Verlässlichkeit bietet.

Die einzelnen Vorschriften sind möglichst kurz gehalten; eingehendere Erklärungen findet der Chemiker entweder in dem Buche: Sázavský-Šandera: „Cukrovarnická analytika“ oder in dem Buche: Vl. Staněk: „Návody k analysám cukrovarnickým“.

Es ist selbstverständlich, daß man bei Betriebsstörungen mit der Anzahl der in den Einheitlichen Methoden empfohlenen Untersuchungen nicht aus-

kommt, es wird vielmehr nötig sein durch öftere Untersuchung der Proben die Ursache der Störung zu suchen. Als guter Behelf dienen dabei die zwei eben angeführten analytischen Bücher, ferner K. Urban: „Technologické závady cukrovarnického provozu“,* Linsbauer: „Technologie cukru“, das Werk „Tovární výroba řepového cukru a jiných uhlohydrát“ („Chemická technologie“, Band II, Heft 1) und eventuell fremdsprachige Fachliteratur. Außerdem liefert eingehende Informationen auf Verlangen auch das Forschungsinstitut der čechoslovakischen Zuckerindustrie in Prag, welches den čechoslovakischen Zuckersfabriken die Überprüfung und Eichung der Polarimeter, Kolorimeter, Refraktometer, Polarisationsröhren, Gewichte usw. kostenfrei ausführt.

Die vorliegende „Anleitung“ wird wieder alljährlich durch „Nachträge“ ergänzt werden, die in der „Zeitschrift für die Zuckerindustrie der Čsl. Republik“ und in dem Jahrbuche „Neumannův cukrovarnický kalendář“ erscheinen werden.

Vorbemerkung: 1. Laut Beschuß des in Amsterdam im Jahre 1932 stattgehabten internationalen Kongresses für Zuckersfabrikasanalytik und mit Zustimmung des Ausschusses des Zentralvereins der čechoslovakischen Zuckerindustrie wurde ab 1. September 1933 allgemein das neue Normalgewicht 26·026 g für 100 metr. cm³ (20°/4°) anstatt des bisherigen Normalgewichtes von 26·00 g eingeführt; die Verwendung des neuen Normalgewichtes ist verbindlich und muß folgerichtig bei allen Zuckersfabrikasanalysen eingeführt werden.

Das frühere Normalgewicht von 26·00 g und sein entsprechendes Vielfaches bzw. seine Teilgewichte werden durch Einlegen eines passenden Stückchens Staniol unter den abschraubbaren Kopf des Gewichtes den neuen Werten (26·026 g bzw. 13·013, 52·052, 104·104 g usw.) angepaßt.

*) Gegen Ende 1934 erscheint dieses Buch in deutscher Übersetzung von Dr. O. Wohryzek. — Die Red.

UNTERSUCHUNGEN IN ROHZUCKERFABRIKEN.

Rübensamen.

Die Änderung wurde deshalb eingeführt, weil zahlreiche Forscher erwiesen haben, daß die bisherige normale Lösung chemisch reiner Saccharose 26·00 g auf 100 metr. cm³ (20°/4°) auf den Polarimetern mit Venzke-Skala bloß 99·90° V polarisiert.

a) Die Handelsanalyse ist nach den Vorschriften des „Verbandes der landwirtschaftlichen, forstlichen und landwirtschaftlich-industriellen Versuchsanstalten“ auszuführen. Probenahme und Bereitung der Muster siehe den Zuckerkalender Neumannův cukrovárníký kalendář, Ausgabe 1934, S. 503.

b) Die Bestimmung der inneren Eigenschaften des Samens erfolgt durch Feldversuche, wobei die Leistungsfähigkeit des einen Samens mit derjenigen der übrigen Samen in Vergleich gestellt wird. Da der Zuckergehalt und der Rübenertrag von allen Vegetationsbedingungen wie: Witterung, Boden, Düngung, Anbauzeit usw. sehr beeinflußt wird, müssen diese Bedingungen für alle geprüften Samen gleich eingehalten werden, derart, daß im Versuchsergebnis nur der Faktor der Samensorte erfaßt und die Ungleichheit der übrigen Einflüsse praktisch ausgeschieden wird. Es läßt sich dies nur durch mehrmalige Wiederholung gleicher Teilstücke des Versuchsfeldes nach der vom „Verband der landwirtschaftlichen, forstlichen und landwirtschaftlich-industriellen Versuchsanstalten“ herausgegebenen Methodik erzielen.

2. Die betreffende Anleitung ist beschrieben z. B. in dem Buche: „Zásady pro srovnávací pokusy odrůdové s cukrovkou, krmnými řepami, brambory a polní zeleninou a návod pro fytopathologická pozorování při odrůdových pokusech.“ (Spisy Svazu výzkumných ústavů zemědělských, lesnických a zemědělsko-průmyslových v Praze, Band Nr. 1, Preis Kč 9·50); oder in der Schrift: Ing. Dr. Jaroslav Souček: „Základy polního pokusnictví zemědělského praktika“ (Zemědělská jednota v Praze, Preis Kč 6—).

Die Rübe.

Probenahme: A) Auf dem Felde. Die Entnahme der Rübenproben auf dem Felde ist abhängig von der Größe des Feldes und vom Zwecke, welchem die Untersuchung dienen soll:

1. Verfolgen wir das Wachstum der Rüben vor der Kampagne, so entnehmen wir Proben regelmäßig an einem bestimmten Tage der Woche und stets von denselben Feldern. Zu dem Behufe suchen wir einige Felder mit normalem Rübenstand aus. An einer geeigneten Stelle, etwas weiter vom Rande, wählen wir eine Zeile, welcher stets 5 bis 10 Stück nacheinander wachsender Rüben entnommen werden. Bei der nächsten und den weiteren Probenahmen wird immer die erste Randrübe stehen gelassen.

Es empfiehlt sich die Proben mindestens von 5 Feldern zu nehmen, damit der Durchschnitt annähernd dem Rübenstand des betreffenden Gebietes entspricht.

2. Vergleicht man die Qualität verschiedener Rübensorienten, so geht man gemäß der beim Rübensamen (vergleichende Versuche) angeführten Anleitung vor.

3. Soll die Qualität der Rüben eines Feldes mit der der Rüben eines zweiten Feldes verglichen werden, so werden vom ganzen Felde einzelne Rüben in diagonaler Richtung ohne subjektive Auswahl entnommen. Die geringste Anzahl der gezogenen Rüben soll mindestens 60 Stück betragen. Diese werden der Größe nach in zwei Gruppen geteilt und es wird der weiter unten beschriebene Vorgang eingehalten.

Falls die Rüben nicht sofort untersucht werden können, bewahrt man sie in einem kühlen Raum auf.

B) Vom Wagen. Von Fuhrwagen sollen mindestens 6 Stück, vom Waggon mindestens 40 Stück Rüben (aus verschiedenen Schichten) gezogen werden, wobei darauf zu achten ist, daß in der Anzahl alle Größen vertreten sind. (In Streitfällen entnimmt man einem jeden Fuhrwagen mindestens 10 Stück, einem jeden Eisenbahnwagen mindestens 60 Stück Rüben.)

Bestimmung der Verunreinigungen: Es wird nach der Vereinbarung der Genossenschaft der čechoslovakischen Zuckerfabriken mit der Zentralvereinigung der čechoslovakischen Rübenbauer vorgegangen. Im Falle als kein Abkommen getroffen wurde, empfiehlt die Kommission den folgenden Vorgang:

a) Bestimmung der Menge freier Erde und Steine in der Rübe.

Von der Lieferung werden, ohne persönliche Auswahl, zwei mit Rübe beladene Wagen ausgesucht und gewogen; die Rübe wird auf freiem Platz abgeladen, der Wagen gereinigt, hierauf bringt man die Rübe mit der Hand von neuem in den Wagen und wägt abermals. Die Gewichtsdifferenz ergibt die Menge freier Erde und Steine in der Rübe.

b) Bestimmung der an der Rübe haftenden Erde: Man entnimmt, ohne persönliche Auswahl, mit Rübengabeln ein entsprechend großes Durchschnittsmuster von Rüben (etwa 30 kg; es empfiehlt sich den eventuell anwesenden Lieferanten oder seinen Vertreter einzuladen, die Hälfte der Probe selbst zu ziehen). Die gesammelten Rüben werden z. B. in einem Blechgefäß oder einem geflochtenen Korbe möglichst genau auf einer Dezimalwage gewogen, worauf sie am besten in einer kleinen Trommelwaschmaschine für Handbetrieb, mit Wasser gewaschen werden. Nach der Herausnahme aus der Waschmaschine und erfolgtem Abtropfen des Wassers (keine Abtrocknung) werden die Rüben abermals abgewogen. Das Gewicht der gewaschenen Rübe wird um 1% (für das aufgenommene und an der Oberfläche haftende Wasser) verringert und die Differenz zwischen dem so erhaltenen Werte und dem ursprünglichen Gewicht ergibt dann die Menge der an der Rübe haftenden Verunreinigungen (Erde, Sand usw.).

c) Kontrolle der Rübenköpfung: Von den gewaschenen Rüben werden die schlechtgekörnten ausgesucht, durch einen geraden Schnitt an der Stelle des ersten Blattkreises nachgekört, die abgeschnittenen Teile gewogen und in Prozenten Rübe ausgedrückt.

Freie Erde und Steir nach a) bestimmt, werden als Tara gerechnet.

Untersuchung: Die Rüben werden auf der Staněkschen Reibe gerieben. Steht eine solche nicht zur Verfügung, wird das ganze Material auf einem möglichst großen, groben Handreibisen mit Öffnungen von etwa 5 mm zerrieben. Man reibt ganze Wurzeln der Länge nach auf flachen Reibisen u. zw. soweit als möglich restlos. Der Brei wird mit der Hand in einem großen Gefäß aus Ton, Steingut oder Email durchgemischt, bis die Masse eine gleichmäßige Verfärbung aufweist; darauf entnimmt man verschiedenen Stellen des Breies kleinere Partien desselben und bringt sie in eine Schale (im ganzen etwa ½ kg Brei), mischt abermals durch, besiegt die Schwarten usw. und wägt dann zur Digestion ein.

Digestion: Das doppelte Normalgewicht (52·052 g) des Rübenbreies wird auf einer Wage (Empfindlichkeit etwa 2 mg bei 250 g Belastung) direkt in ein blechernes Digestionsgefäß eingewogen, worauf zu dem Brei mittels einer automatischen Pipette 356·35 cm³ (20°/4°) verdünnter Bleiessigs (auf 10 Liter Wasser 250 cm³ des Klärmittels) zufüllten gelassen werden; hierauf wird das Gefäß geschlossen, man schüttelt durch und setzt das Gefäß auf ½ Stunde in ein auf 80—85° C gehaltenes Wasserbad. Die an-

fängliche Temperatur des Wasserbades kann etwas höher sein, da durch das Einsetzen der kühlen Gefäße die Temperatur herabgesetzt wird. Nach $\frac{1}{2}$ stündiger Digestion, während welcher man wiederholt geschüttelt hat, kühlte man auf etwa 20°C ab, nach abermaligem Durchschütteln wird dann das Gefäß geöffnet, worauf man filtriert und polarisiert. Bei Anwendung einer 400 mm-Röhre werden direkt Prozente Zucker in der Rübe abgelesen. Da automatische Pipetten nicht genau kalibriert zu sein pflegen und um die Verwendung von Pipetten mit der älteren Kalibrierung zu ermöglichen, empfiehlt die Kommission, die Pipette stets nachzueichen und zu dem gefundenen Rauminhalt die entsprechende Menge des abzuwägenden Rübenbreies zu berechnen. Auf jede $100 \text{ cm}^3 20^{\circ}/4^{\circ}$ Pipetteninhalt entfallen 14·607 g Rübenbrei. So beträgt z. B. die Einwage bei einem Rauminhalt der Pipette von $307\cdot41 \text{ cm}^3 20^{\circ}/4^{\circ}$:

$$(307\cdot41 \times 14\cdot607) : 100 = 44\cdot90 \text{ g Brei.}$$

Kalibrierung der Pipette: Das Gewicht des aus der Pipette abgelassenen 20°C warmen destillierten Wassers wäre z. B. 306·54 g, was einem Inhalt von $306\cdot54 : 0\cdot99717 = 307\cdot41$ metrische cm^3 ($20^{\circ}/4^{\circ}$) entspricht. — Siehe den Abschnitt über die Eichung der Gefäße, S. 19.

Die nachfolgend ausgeführte Herles-Methode im Glaskolben liefert ebenso richtige Resultate:

Auf je 100 cm^3 des Kolbeninhaltes wählt man das halbe Normalgewicht von Rüben- oder Schnitzelbrei ab, den man zuvor von größeren Anteilen befreit hat; am besten das doppelte Normalgewicht auf 400 cm^3 .

Den Brei bringt man mittels eines weithalsigen Trichters und eines starken Glasstabes in den Kolben, spült mit siedend heißem Wasser nach, und nach Zusatz von 4 bis 5 cm^3 basischer Bleiacetatlösung für jedes Normalgewicht füllt man mit demselben Wasser bis zu $\frac{1}{4}$ des Kolbeninhaltes nach, mischt den Inhalt durch kreisende Bewegung eines eingelegten, mäßig gebogenen Messingdrahtes durch, damit der entstandene Bleissigniederschlag in der Mischung gleichmäßig verteilt wird. Hierdurch wird der Schaum zur Oberfläche getrieben, wo er mit Alkohol (denat.) oder mit Äther unter stetiger kreisender Bewegung des Kolbens beseitigt wird. Nachher wird mit heißem Wasser etwa $\frac{1}{2}$ cm über die Marke nachgefüllt, der Inhalt durch kreisende Bewegung des Messingdrahtes abermals gut durchgemischt und etwa 20 Minuten beiseite stehen gelassen. Hierauf wird der Kolben abgekühlt, der gebliebene Schaum mittels Äthers vollständig entfernt, der Messingdraht herausgenommen und mit einigen Tropfen Wasser abgespült, der Inhalt genau zur Marke aufgefüllt, durchgeschüttelt, filtriert und das Filtrat polarisiert. Der verdoppelte Befund (bei einem 200 mm-Rohr; beim 400 mm-Rohr entfällt das Verdoppeln), mit 0·9925 multipliziert, gibt % Zucker in der Rübe. Die Anwendung des Faktors entfällt, falls man Kolben verwendet hat, deren Inhalt für jedes Normalgewicht um $1\cdot5 \text{ cm}^3$ vergrößert ist.

Statt der getrennten Zugabe von siedend heißem Wasser und bas. Bleiacetatlösung kann ein vorher hergestelltes Gemisch von 25 cm^3 bas. Bleiacetatlösung in 1 l Wasser benutzt werden, das ebenfalls siedend heiß zum Nachspülen des Breies und Nachfüllen des Kolbens verwendet wird.

Für Massenanalysen empfiehlt sich die Benutzung des Pellet-Durchflußrohres.

Anmerkungen: Das Entnehmen von Rübenproben in der Fabrik zwecks Bestimmung des Zuckergehaltes für die chemische Kontrolle der Betriebsverluste ist unrichtig, weil es schwer ist, ein Durchschnittsmuster zu gewinnen, nachdem namentlich die kleinen Wurzeln nicht in richtigem Verhältnis in die Probe gelangen und deshalb für den Zuckergehalt der ver-

arbeiteten Rübe leicht ein zu hoher Wert gefunden wird.

Die früheren, für die Digestionsmethoden auf Grund des Saftvolumens von $23\cdot0 \text{ cm}^3$ im Normalgewicht Rübenbrei, resp. des Markvolumens von $0\cdot6 \text{ cm}^3$ aufgestellten Vorschriften ergeben, wie in letzter Zeit nachgewiesen wurde, zu hohe Resultate, weshalb den neuen Vorschriften die Werte $21\cdot8 \text{ cm}^3$, resp. $1\cdot5 \text{ cm}^3$ zugrunde gelegt wurden. Nachdem erkannt worden ist, daß das Ergebnis der normalen Digestion einem zweifachen, durch das abweichende Volumen des Saftes, bzw. des Markes bedingten Fehler ausgesetzt ist, wurde anstatt der bisher vorgeschriebenen normalen Pipettendigestion die halbnormale eingeführt. Diese kann jedoch mit Vorteil dort angewendet werden, wo es sich nicht um die Bestimmung des absoluten Zuckergehaltes in der Rübe handelt, sondern bloß um vergleichende Resultate, wie z. B. bei Vergleichsversuchen. Mit Rücksicht auf die erwähnten Befunde ist es jedoch nötig die Vorschrift so abzuändern, daß in einem Blechkolben das vierfache Normalgewicht Rübenbrei ($104\cdot104 \text{ g}$) eingewogen und $312\cdot7 \text{ cm}^3$ ($20^{\circ}/4^{\circ}$) verdünnten basischen Bleiacetats (auf 10 Liter Wasser 500 cm^3 des Klärmittels) zugesetzt wird, resp. auf jede $100 \text{ cm}^3 20^{\circ}/4^{\circ}$ des Pipetteninhaltes 33·29 g Rübenbrei eingewogen werden. (Siehe Zt. Zuckerind. Čsl. Rep. 51, 1926/27, 101, und 52, 1927/28, 165.)

Wird bei der Herles-Digestion nicht, wie vorgeschrieben ist, heißes, sondern kühleres Wasser verwendet, erhält man oft zu niedrige Ergebnisse. Es ist unzulässig, die Herlessche heiße wässrige Digestion in einfachnormaler Konzentration (Normalgewicht auf 100 cm^3 -Kolben) auszuführen, da der dichte Schaum und die zu starke Abkühlung des Gemisches eine Unrichtigkeit des Ergebnisses herbeiführen.

Manchmal, namentlich bei alterierten Rüben, erhält man selbst bei genügender Zugabe des Klärmittels ein opalisierendes Filtrat. Dieser Mangel kann durch Zusatz einiger Tropfen konzentrierter Essigsäure zum Filtrat behoben werden oder in der Weise, daß man dem eingewogenen Rübenbrei eine Messerspitze Tanninpulver zufügt und erst dann mit basischem Bleiacetat klärt und die Digestion ausführt.

Der Bestimmung des Reinheitsquotienten im Preßsaft kommt heute nicht mehr die Bedeutung zu, welche ihr früher beigelegt wurde; außerdem schwankt das Ergebnis bedeutend je nach dem Zerkleinerungsgrad des Rübenbreies und dem beim Pressen angewandten Druck. Deshalb wird die Ausführung dieser Analyse von der Kommission nicht empfohlen und wurde auch von der Aufnahme einer Anleitung zu solcher Analyse Abstand genommen.

Frische (süße) Schnitzel.

Probenahme: Während der Füllung des Diffuseurs fängt man in einem großen Blechgefäß mindestens 5 kg Schnitzel auf, aus denen dann am besten mit K. Urbans Probenehmer (Zt. Zuckerind. Čsl. Rep. 44, 1919/20, 37) ein Durchschnittsmuster gezogen wird. Das zum Sammeln der Schnitzel dienende Gefäß muß dicht schließen, wie dies bei Gefäßen, welche zum Milchtransport verwendet werden, der Fall ist. Jede zweite Stunde bringt man das Gefäß mit Schnitzeln ins Laboratorium und tauscht es gleich gegen ein anderes aus. Nach jedem Entleeren wird das Gefäß rein ausgespült, ausgewischt und trocknen gelassen.

Die Entnahme der Proben bloß mit den Fingerspitzen ist unzulässig, weil dabei hauptsächlich die langen und demnach zuckerreicher Schnitzel erfaßt werden.

Untersuchung: Das mit dem Probenehmer gezogene Durchschnittsmuster wird mittels der Fleischhackmaschine „Keystone“, deren Scheibe mit 10 Löchern

verschen ist, oder mittels der Maschine „Rekord“, „Max“ oder „Ideal“ Nr. 22 zerhackt. Die zerkleinerteren Schnitzel werden durchgemischt und zur Digestion, die in der unter „Rübe“ beschriebenen Weise ausgeführt wird, eingewogen.

Nach jedesmaligem Reiben wird die Maschine sofort auseinandergezogen, abgespült und abgewischt, und erst vor der neuen Benützung wieder zusammengesetzt. Der Chemiker hat sich von Zeit zu Zeit zu überzeugen, ob die Maschine gewissenhaft gereinigt wird und ob keine Partikel ausgetrockneten Breies daran haften.

Der durch die heiße wässrige Digestion der frischen Schnitzel bestimmte Zuckergehalt dient als Basis zur Bezeichnung der Ausbeute.

Anmerkungen: Bei Hackmaschinen dürfen nur Scheiben mit 8 bis 10 Öffnungen verwendet werden, da bei Benützung von Scheiben mit einer größeren Loch-Anzahl aus dem zerhackten Muster Saft ausgepreßt wird, wodurch unrichtige Ergebnisse erhalten werden. Die alten Fleischhackmaschinen, die mit zwei Einlagen zu mehreren Messern und einer spiralförmig gezähnten Spindel versehen sind, eignen sich nicht, weil sie sich schwer reinigen lassen und aus der zerhackten Probe Saft auspressen.

Die Bestimmung des Zuckergehaltes in den Schnitzeln nach der Herlesschen kalten wässrigen Digestion unter Anwendung der Herles-Presse wird nicht empfohlen, weil diese Methode — obwohl im Prinzip richtig — mit Rücksicht auf die Verdunstungsmöglichkeit bei der Breizerkleinerung leicht unrichtige Ergebnisse liefern kann, überdies verleitet diese Methode leicht zur Bereitung eines zu kleinen Musters.

Diffusionssaft.

Probenahme: Zum Zwecke der Betriebskontrolle wird die Probe während des ganzen Abzuges durch den am unteren Teile der Druckleitung angebrachten Hahn, der in das Innere der Leitungsrohre nicht hineinragen darf, entnommen. Es empfiehlt sich die Probenahme des Diffusionssafes jede Stunde vorzunehmen.

Untersuchung: Der Saft wird durch 5 bis 10 Minuten lange Vakuumwirkung (wenigstens 50 cm Quecksilbersäule) in einem Scheidetrichter oder einer starkwandigen Saugflasche entluftet oder aber am besten in einem Metallgefäß mit unterer Entleerung und starkem, mit Kautschukdichtung gut gedichtetem Deckel, welcher durch die Vakuumwirkung angesaugt wird. Der Durchmesser sowie die Höhe des Gefäßes betragen etwa 15 cm. Bei dem entlüfteten und auf der Oberfläche vom Schaum befreiten Saft wird die Saccharisation bestimmt.

Zwecks Polarisation werden 100 cm³ Saft mit 10 cm³ Bleiessig geklärt und nach dem Durchschütteln in eine Flasche abgegossen, die mit gutem Stöpsel verschlossen wird. Jede 6—12 Stunden wird der Inhalt durchgemischt, filtriert und polarisiert. Nach der Angabe des Polarimeters und aus der durchschnittlichen Saccharisation wird in der Paarschen Tabelle*) (die jetzt die Schmidt'sche Tabelle ersetzt) die entsprechende Saftpolarisation gefunden und aus dieser und der durchschnittlichen Saccharisation der Quotient berechnet.

Genauer ist es, statt des Abmessens des Saftes stets das Doppelnormalgewicht Saft abzuwiegen, mit etwa 5 cm³ Bleiessig zu klären, in ein 100 cm³-Kölbchen umzuspülen, zur Marke aufzufüllen und in einer Flasche zu sammeln. Der polarimetrische Befund der filtrierten Probe, durch 2 dividiert, gibt die durchschnittliche Saftpolarisation an.

*) Cukrovarnický kalendář, Jahrg. 1934, Seite 22—30.

Anmerkungen: Die Probenahme des Diffusionssafes aus dem Meßgefäß (aus dem Saftstandglas) und namentlich aus den Entlüftungshähnen der Diffuseure ist nicht verlässlich und schlecht. Unrichtig ist auch zur Entlüftung des Saftes durch Vakuumwirkung Zylinder zu verwenden. Die Bestimmung der scheinbaren Trockensubstanz mittels Refraktometers empfiehlt sich nicht, weil hier die Angabe des Refraktometers wegen der Anwesenheit der Nichtzuckerstoffe im Saft wenig genau ist und häufig von der pyknometrischen Trockensubstanz des Diffusionssafes abweicht.

Es sei eine rasche Durchführung der Analyse empfohlen, weil der Saft leicht der Zersetzung anheimfällt.

Das für die Polarisation bestimmte Filtrat zeigt manchmal starke Opalisierung (namentlich bei alterierten Rüben). In der Mehrzahl der Fälle genügt zur Behebung der Opaleszens der Zusatz eines Tropfens konzentrierter Essigsäure zum Filtrate, sonst muß man vor der Klärung mit basischem Bleiacetat 1 bis 2 cm³ 10%iger Tanninlösung zufügen.

Der berechnete Wert für den Reinheitsquotienten wird mit Rücksicht auf die Manipulationsfehler auf ½ % abgerundet.

Ausgelaugte Schnitzel.

Probenahme: Mindestens jede 2 Stunden wird die Schnitzelprobe vom Transporteur genommen; wo eine andere Einrichtung besteht, erfolgt die Probenahme vor Eintritt der Schnitzel in die Schnitzelpresse, überhaupt vor der Stelle, an welcher die Pressung beginnt. Man entnimmt etwa 5 kg in ein Blechgefäß, wie es zum Milchtransport benutzt wird und welches einen grobgelocherten Boden besitzt, damit die Schnitzel in etwa ¼ Stunde abgetropft sein können. Um dieses Gefäß nicht mit demjenigen für süße Schnitzel zu verwechseln, ist es auffällig zu bezeichnen, z. B. rot anzustreichen.

Untersuchung: Das Durchmischen und Zerreiben erfolgt wie bei den süßen Schnitzeln. Die Hackmaschine und die Blechtassen sind wie das Schnitzelgefäß anzustreichen.

Zur Kontrolle der Diffusionsarbeit wird die häufige (am besten in ½ bis 1 stündigen Intervallen) Bestimmung des Zuckergehaltes der ausgelaugten Schnitzel nach Vl. Staněk und Dr. P. Pavlas (d. Z. 55, 1930/31, 175) unter Verwendung der Ansatzpresse „Kosmos“ empfohlen:

Etwa ½ bis ¾ kg gut durchgemischter ausgelaugter Schnitzel werden durch die „Kosmos“-Zerkleinerungsmaschine bei voll aufgemachter Öffnung durchgetrieben. Die ersten etwa 50 cm³ Saft werden weggeschlossen. Weitere 100 cm³ werden direkt in der Schale durch cca ¾ g pulverisierten Gemisches von 1 Teil fein geriebenem Kalk mit 25 Teilen normalen Bleiacetats geklärt, durchgemischt, filtriert und polarisiert. Den Zuckergehalt der Schnitzel berechnet man entweder durch Multiplikation der Polarisation mit der Zahl 0,26 für 200 mm-Röhren oder er wird aus der Tabelle für ungeklärte Zuckerlösungen abgelesen. Wenn die Analysen in Zeitabständen von etwa 1 Stunde nacheinander folgen und falls auch ein Austrocknen der Schnitzel in der Maschine verhindert wird, erübrigts sich die Reinigung nach jeder Benützung.

Es wird empfohlen, die nach dieser Methode gewonnenen Ergebnisse wenigstens einmal in der Schicht entweder durch die heiße wässrige Digestion oder durch die Herlessche kalte Digestion wie folgt zu kontrollieren:

Das abgewogene vierfache Normalgewicht des Schnitzelbreies versetzt man in einem blechernen Digestionsgefäß mit 300 cm³ verdünnter bas. Blei-

acetatlösung (auf 10 Liter Wasser 150 cm³ Klärmittel) aus einem Meßzylinder und führt die heiße Digestion wie bei den süßen Schnitten aus.

Zur raschen Feststellung des Zuckergehaltes kann auch wie folgt vorgegangen werden: Mindestens 150 g Brei aus der Hackmaschine „Keystone“, „Rekord“, „Max“ oder „Ideal“ werden in der Herlespresse zerrieben. Das abgewogene vierfache Normalgewicht dieses Breies vermischt man dann in der Kälte mit 300 cm³ verdünnter bas. Bleiacetatlösung, schüttelt kräftig durch, läßt 5 Minuten stehen, schüttelt abermals durch, filtriert und polarisiert.

Die Untersuchung des aus den Schnitzeln mittels gewöhnlicher Presse, besonders ohne vorheriges Zerreiben der Schnitzel, ausgepreßten Saftes oder die kalte wässrige Digestion ohne vorherige Zerreibung durch die Herlespresse führt häufig zu unrichtigen Ergebnissen.

Anmerkungen: Die Musterziehung der ausgelaugten Schnitzel aus dem oberen Teile des Diffuseurs ist unzulässig. Zum Einwagen des Musters für die Digestion genügt eine gewöhnliche Kaufmannswage mit Empfindlichkeit von 1 bis 5 g. Falls das zu polarisierende Filtrat opalisiert, beseitigt man den Mangel gemäß der Anmerkung bei der Rübenanalyse.

Da die Bemusterung ungepreßter Schnitzel manchorts mit Schwierigkeiten verbunden ist, wird empfohlen, Versuche über die Probenahme der geprästen Schnitzel, die bereits verhältnismäßig gut durchgemischt sind, vorzunehmen.

Diffusionsablaufwasser.

Probenahme: Jede Stunde wird das beim Ausschießen des Diffuseurs ablaufende Wasser, sobald etwa ein Drittel abgelaufen ist, aufgefangen. Die Probenahme am Schluß des Ausschießens ist unzulässig, weil das Wasser mit dem Ausspülwasser vermengt ist.

Untersuchung: Unmittelbar nach der Probenahme klärt man etwa 100 cm³ Wasser mit einigen Tropfen basischer Bleiacetatlösung, filtriert und polarisiert. Der Zuckergehalt wird durch Multiplikation der Polarimeterangabe mit 0·26 (bei 200 mm-Rohr) bestimmt oder aus der Neumannschen Tabelle für ungeklärte Lösungen ausgesucht.

Scheidesaft.

Bestimmung des gesamten freien Kalkes: Unter stetigem Rühren entnimmt man rasch mit einer in größere Öffnung ausgezogenen Pipette aus dem Malaxeur die Saftprobe, mißt dann von der gut durchgemischten Probe 10 cm³ in ein Porzellanschälchen ab und titriert nach Zusatz von etwa 1 cm³ 2%iger Phenolphthaleinlösung mit halbnormaler oder normaler Salz- oder Salpetersäure.

Anmerkungen: Bei der Probeziehung sowie beim Abmessen muß der Saft gut durchgemischt werden, weil der Kalkschlamm ziemlich rasch sedimentiert.

Die Bestimmung der Alkalität direkt in dem filtrierten verdünnten Saft hat keinen Sinn, weil sie hauptsächlich von der Temperatur bei der Scheidung abhängt (in der Kälte geht reichlich Kalk in den Saft über, selbst nach eventueller nachträglicher Erwärmung, während in der Hitze die Löslichkeit des Kalkes verhältnismäßig gering ist).

Saturationssäfte.

Probenahme: Stündlich entnimmt man die Probe beim Auslauf aus dem Filter oder aus der Filterpresse zwecks Bestimmung der Alkalität; davon mißt man stets 50 cm³ ab und bringt sie in eine gutschließende Flasche, in welche man zur Frischhaltung des Saftes einige erbsengroße Stückchen Thymol gibt; bis zur Auflösung lassen sich die Thymolstückchen immerfort

verwenden. Die Analyse wird einmal in 8—12 Stunden ausgeführt.

Untersuchung: Jede Stunde wird die Alkalität sämtlicher Saturationssäfte mit $\frac{1}{10}$ n-Säure bestimmt. Es empfiehlt sich, von der Probe mittels eines kleinen Metallmeßzylinders 28 cm³ Saft abzumessen, wobei dann 1 cm³ $\frac{1}{10}$ n-Säure direkt 0·01% CaO entspricht. Man titriert auf Phenolphthalein. Vorteilhaft erwieist sich bei der Titration das Alkalimeter von Kappus, welches mit n/10-Säure gefüllt wird. Bei der Titration von 10 cm³ Saft entspricht ein Teilstrich der Alkalimeterskala 0·01% CaO. Zur Erzielung genauerer vergleichbarer Zahlen muß der Saft vor der Titration auf die Zimmertemperatur abgekühlt werden, weil das Ergebnis der Safttitration in der Wärme niedriger ausfällt.

Im Durchschnittsmuster des letzten Saturationssätes (Dünnsaftes) bestimmt man den Zuckergehalt durch Polarisation. Das doppelte Normalgewicht wird in einen Kolben gebracht, mit einer geringen Menge (etwa $\frac{1}{2}$ cm³) bas. Bleiacetatlösung geklärt, zu 100 cm³ aufgefüllt, gegebenenfalls setzt man eine Messerspitze (einige Zentigramme) Kieselgur zu, schüttelt durch, filtriert und polarisiert.

Die scheinbare Trockensubstanz wird am besten mit überprüftem Pyknometer mit eingeschliffenem und mit Kapillarröhrchen versehenem Stöpsel bestimmt. Es kann auch das Refraktometer benutzt werden, zum Beispiel das Eintauch-Refraktometer oder aber das Zucker-Refraktometer. Gewöhnliches Refraktometer ist jedoch bei niedrigen Konzentrationen verhältnismäßig wenig genau. Die Bestimmung des scheinbaren Reinheitsquotienten bei Säften von der 1. und 2. Sättigung wird mit Rücksicht auf den Einfluß von Kalk auf die scheinbare Trockensubstanz nicht empfohlen.

Eventuell bestimmt man die Farbe mit dem Stammerschen Kolorimeter; den Kalkgehalt dann qualitativ mit Ammoniumoxalat, quantitativ durch Titration nach Clark oder mit Chamäleon bezw. durch Titration des durch Soda ausgeschiedenen kohlensauren Kalkes.

Für die Bestimmung der Farbe empfiehlt sich, das Kolorimeter nach dem von Ing. V. Sázavský (Zt. Zuckerind. Čsl. Rep. 47, 1922/23, 64) beschriebenen Verfahren zu beleuchten. Im Hinblick auf den ungleichen Farbton der sogenannten Normalgläschchen ist zu empfehlen, stets dasselbe Gläschchen zu verwenden. Werden zwei Halbnormal-Gläschchen statt eines Normal-Gläschens verwendet, empfiehlt sich dieselben mit einem Tropfen farblosen Glyzerins zusammenzukleben.

Die vorteilhafteste Alkalität des letzten Saturationssätes kontrolliert man nach Spengler und Böttger (Zt. Ver. D. Zuckeind. 83, 1933, 11) wie folgt:

10 cm³ des filtrierten Saftes von der letzten Sättigung werden abgemessen, mit einigen Tropfen Phenolphthaleinlösung versetzt und mit n/28 Säure bis zur Entfärbung des Indikators titriert; man fügt hierauf Methylrotlösung zu und titriert von neuem bis zur Rotfärbung der Lösung. Bei richtig saturem Saft muß der Säureverbrauch bei der Titration mit Phenolphthalein der gleiche sein wie bei der nachträglichen Titration mit Methylrot. Ist der Säureverbrauch bei der Titration mit Phenolphthalein größer, so ist der Saft untersaturiert; ist der Verbrauch kleiner, so wurde im Gegenteil übersaturiert. (Anm. Für die Titration kann man auch 28 cm³ Saft abmessen und mit n/10 Säure titrieren.)

Diese Methode wurde unter der theoretischen Voraussetzung abgeleitet, daß im Saft bloß die Hydroxyde und Carbonate der Alkalien und des Kalkes gegen sind; obwohl in Wirklichkeit die Verhältnisse der alkalisch reagierenden Stoffe in dem Saft bedeutend kompliziert sind (es sind noch z. B. Ammoniak,

alkalisch reagierende Salze der Glutaminsäure usw. anwesend), so liefert diese Methode bei normalen Säften dennoch günstige Ergebnisse (siehe z. B. A. Dolínek, Listy Cukrovarnické, 52, 1933/34, 495). Bei abnormalen Säften, z. B. bei solchen, die mit ungenügendem Kalkzusatz gereinigt worden sind, bei Säften von alterierten Rüben, bei stark kalkhaltigen Säften usw. ist jedoch diese Methode ungenau. Bei derartigen Säften ist es besser nach der direkten, allgemein verwendbaren Methode Spengler-Böttgers (siehe Zt. Ver. D. Zuckerind. 78, 1928, 326) folgenderweise zu verfahren:

Dem letzten Saturationsgefäß werden fortlaufend bei der Saturation Saftproben entnommen, deren Alkalität durch Titration auf Phenolphthalein bestimmt, dann aufkocht und nach der Filtration der Gehalt an Kalksalzen festgestellt wird. Mit sinkender Alkalität nehmen anfangs die Kalksalze ab, nach Erreichung des Minimums an Kalksalzen nimmt jedoch deren Gehalt bei der weiteren Saturation wieder zu. Die vorteilhafteste Alkalität auf der letzten Saturation ist jene, bei welcher im Saft der niedrigste Gehalt an Kalksalzen ermittelt wurde.

Zur Kontrolle des eventuellen Sodaoverbrauches wird regelmäßiges Bestimmen des Kalksalzgehaltes im Dünn- resp. Dicksaft empfohlen.

Saturationsschlamm.

Probenahme: Mittels Musterziehers entnimmt man stündlich etwa $\frac{1}{2}$ kg Schlamm vom Wagen oder von der Mischvorrichtung und sammelt ihn in einem großen blechernen, luftdicht schließenden Gefäß, wie solche zum Milchtransport benutzt werden.

Jede 4 Stunden schüttet man den Inhalt dieses Gefäßes auf eine große Blechtasse aus, knetet gründlich durch und entnimmt von verschiedenen Stellen die Probe, welche in der Schale weiter durchgemischt wird und zur Untersuchung dient.

Untersuchung: Es werden 30 bzw. 60 g Schlamm auf einem tarierten Blech oder direkt in ein weithalsiges, starkwandiges Fläschchen von etwa 200 bis 300 cm³ Inhalt abgewogen. Hat man auf dem Blech eingewogen, so bringt man dasselbe samt dem Schlamm in das Fläschchen; man mißt dann mittels Bürette 100 bzw. 200 cm³ etwa 8%iger Zinknitratlösung oder einer 20%igen Lösung von neutralem Bleiacetat zu; das Fläschchen wird mit einem guten Kautschukpfropfen, an dem ein bis auf den Boden reichendes Stück Metallkettchen befestigt ist, verschlossen, und der Inhalt bis zur vollständigen Verteilung der Schlammstücke geschüttelt. Hierauf filtriert und polarisiert man. Bei Anwendung eines 200 mm-Rohres werden direkt Zuckerprozente abgelesen.

Auf diese Weise wird der Gesamtzucker bestimmt, d. h. der „Saftzucker“ (auslaugbarer Zucker) und der als Saccharat gebundene Zucker.

Den „Saftzucker“ bestimmt man, indem 30 g Schlamm in einem Fläschchen mit 100 cm³ Wasser durchgeschüttelt werden, worauf filtriert und polarisiert wird.

Bei der Analyse des Saturationsschlammes kann die 8%ige Zinknitratlösung durch die billigere 3·6%ige Zinkchloridlösung ersetzt werden, die am besten in folgender Weise bereitet wird (siehe d. Z. 55, 1930/31, 451).

In einem offenen Ton- oder Steingutgefäß (Tops, Schüssel oder Säureflasche) werden Zinkspäne mit einem Gemisch von 1 Teil Salzsäure und 1 Teil Wasser begossen. Auf 1 kg Säure nimmt man etwa $\frac{1}{2}$ kg Zink; da die Flüssigkeit stark aufsteigt, muß man ein hinreichend großes Gefäß wählen. Das Auflösen muß in freiem Raum erfolgen, damit der Wasserstoff bei zufälligem Entzünden keine Explosion verursacht, und muß man darauf achten, daß die entweichenden

Gase, die Arsenwasserstoff enthalten, nicht eingeatmet werden. Nach einigen Stunden, wenn die Reaktion zu Ende ist, gießt man die Lösung von den Zinkrückständen (welche bei der nächsten Bereitung verwendet werden), ab und setzt der Flüssigkeit zwecks Neutralisation der unverbrauchten Säure einige Stücke Kalkstein zu. Man erhält auf diese Weise eine cca 35—40% Zinkchlorid enthaltende Lösung, die man vor der Kampagne in größeren Mengen auf Vorrat bereiten und dann nach Bedarf verdünnen kann.

Für die Schlammmanalyse ist eine Lösung von etwa 3·6% nötig; wir verdünnen daher einen Teil der gewonnenen Lösung mit etwa 7—8 Teilen Wasser derart, damit die Flüssigkeit die Dichte $d = 1 \cdot 032$, d. i. ungefähr 8·5° Bé aufweist. Da bei der Analyse ein Überschuß — wenn er nicht zu groß ist — nicht schadet, ist es nicht notwendig die angegebene Konzentration genau einzuhalten und es genügt, wenn die Lösung 4—8% ZnCl₂ enthält und die Dichte $d = 1 \cdot 031$ bis 1·069 oder 8·3 bis 17·3° Bé aufweist. Bei der Verdünnung scheidet sich manchmal ein weißer Niederschlag, offenbar von Oxychlorid aus, welcher aber bei der Analyse nicht stört.

Mit Rücksicht auf die Billigkeit des Reagens wird empfohlen, 60 g Schlamm und 200 cm³ Lösung zu nehmen, denn ein größeres Muster entspricht eher dem Durchschnitt.

Ferner wird aufmerksam gemacht, daß für die Schlammbemusterung vom Wagen gut zugeschliffener Probennehmer zu verwenden ist.

Es wird empfohlen, bei der Analyse des Saturationsschlammes den Apparat von Staněk anzuwenden, der es ermöglicht, ein großes Muster Schlamm in Arbeit zu nehmen (Zt. Zuckerind. Čsl. Rep. 57, 1932/33, 97).

Für die informative Prüfung des Zuckergehaltes im Schlamm eignet sich vorteilhaft die refraktometrische Methode von Staněk-Šandera, bei welcher die refraktometrische Trockensubstanz des mittels besonderer Zange aus dem Schlamm ausgepreßten Saftes bestimmt wird. Die halbierte Angabe des Refraktometers entspricht ungefähr dem Zuckergehalt des Saturationsschlammes. (Zt. Zuckerind. Čsl. Rep. 57, 1932/33, 145.)

Die Alkalität des Saturationsschlammes wird mittels Phenols nach der folgenden Methode ermittelt: 10 g Schlamm werden in 95 cm³ einer gesättigten (etwa 6%igen) wässrigen Phenollösung, die vorher auf Methylorange neutralisiert wurde, verrührt oder geschüttelt, hierauf durch ein trockenes Filter filtriert und 50 cm³ des Filtrates auf Methylorange titriert.

In besonderen Fällen trocknet man 10—20 g Schlamm bei 105° C zur Gewichtsbeständigkeit; der Gewichtsverlust wird als Wasser angenommen.

Anmerkung: Die Probeziehung direkt aus den Filterpressenrahmen ist mit Rücksicht auf die ungleichmäßige Aussüßung des Schlammkuchens unzulässig.

Kondens- und Brüdenwässer.

Probenahme: Die Probe wird jede 2 Stunden aus den einzelnen Behältern genommen. Zur Prüfung des Wassers für Kesselspeisung werden die automatischen Apparate im Kesselhaus empfohlen.

Untersuchung: Qualitativ prüft man auf Zucker mit α -Naphtol und konz. Schwefelsäure. Es empfiehlt sich hiezu das Verfahren von Skärblom: Das Reagensglas wird mit dem zu prüfenden Wasser bloß ausgespült und zu dem in der Eprouvette haften gebliebenem Reste setzt man 3 Tropfen alkoholischer 6%iger α -Naphollösung und etwa 1 cm³ konz. reiner Schwefelsäure zu, worauf der Inhalt durchgeschüttelt wird. Aus der Intensität der Färbung läßt sich auf die Menge des anwesenden Zuckers schließen.

Anmerkung: In Berührung mit organischen Stoffen (Stroh, Papier, Staub usw.) gekommene konzentrierte Schwefelsäure kann an und für sich die α -Naphtolreaktion liefern. Diesen Mangel beseitigt man, indem man die Säure solange erwärmt, bis eine entnommene Probe keine α -Naphtolreaktion mehr gibt.

Dicksaft.

Probenahme: Jede zweite Stunde mißt man ein gleiches Volumen, z. B. 100 cm³, aus dem Dicksaftbehälter in eine mit gutem Pflropfen verschließbare Flasche ab. Die Flasche bewahrt man an einem kühlen Orte oder man konserviert den Dicksaft mit einem Kristallinen Thymol.

Untersuchung: Das Durchschnittsmuster des Dicksafts wird einmal in 12 Stunden untersucht. Die Polarisation bestimmt man durch Abwage des doppelten Normalgewichtes Dicksaft, der in einen 200 cm³-Kolben gespült und mit 4 cm³ bas. Bleiazetatlösung geklärt wird. Stark alkalische Dicksäfte neutralisiert man vor der Klärung mit verdünnter Essigsäure unter Zusatz von einigen Tropfen Phenolphthaleinlösung. Nach Auffüllen zu 200 cm³ und Filtration wird polarisiert.

Die scheinbare Trockensubstanz wird bestimmt mittels nach dem Kovář schen Prinzip geeichten Pyknometers (siehe Anleitung weiter unten) oder refraktometrisch, die wahre Trockensubstanz durch Trocknung nach der folgenden Methode:

Etwa 4 g Dicksaft (cca 3 g Trockensubstanz) werden genau und direkt in ein Aluminiumschälchen (6—7 cm im Durchmesser, 2 cm hoch) mit gut anliegendem Deckel eingewogen, das vorher mit etwa 30 g feinen Quarzsandes beschickt wurde.

In das Schälchen bringt man ein kurzes, eingebogenes Glasstäbchen, welches mitgewogen wird. Man feuchtet dann das Gemenge von Sand und Saft mit allmählich in kleinen Gaben zugesetzten cca 20 cm³ reinen Methylalkohols an, mischt gründlich durch und läßt zunächst unter öfterem Durchröhren des Sandes mit der Substanz etwa 3 Stunden im offenen Trockenschrank bei etwa 60—70° C vortrocknen, worauf dann bei 105° C während 12 Stunden im doppelwandigen, durch Dampf beheizten oder mit verdünntem Glyzerin gefüllten Trockenschrank die Trocknung erfolgt. Mit Vorteil kann man Vakuumtrockenschrank benützen.

Die Alkalität ermittelt man nach Verdünnung mit neutralisiertem Wasser durch Titration mit $1/10$ n-Säure analog wie beim Dünnsaft.

Auf Kalkgehalt prüft man qualitativ mit Ammoniumoxalat nach Verdünnung des Dicksaftes mit dem gleichen Volumen Wasser; quantitativ nach Clark oder genauer durch Titration mit Chamäleon, wie später angeführt wird. (Seite 14.)

Gegebenenfalls wird im Dicksaft auch die Farbe bestimmt. Bei alterierten Rüben und bei anormaler Arbeit prüft man auch auf Invertzucker. (Siehe weiter unten.)

Beim Dicksaft empfiehlt sich von Zeit zu Zeit das (auf 100 Zucker umgerechnete) Rendement zu bestimmen, welches die Saftqualität besser zum Ausdruck bringt als der Quotient (siehe Ing. V. Sázavský, Listy cukrov. 49, 1930/31, 628). Die hiezu notwendige Aschenbestimmung wird entweder gewichtsanalytisch oder besser konduktometrisch nach dem folgenden Vorschlage von V. Sázavský ausgeführt:

Das dreifache Normalgewicht Dicksaft wird abgewogen, mit destilliertem Wasser in einen 200 cm³-Kolben gespült und mit Wasser zur Marke ergänzt; die Konduktometerangabe wird durch 1·5 dividiert.

Z. B.: Dicksaft mit einer Polarisation von 64·5 und 1·00% Aschengehalt. Das Rendement ist dann

$$64·5 - 5 \times 1·00 = 59·5$$

und das Rendement des Polarisationszuckers

$$\frac{59·5 \times 100}{64·5} = 92·2.$$

Anmerkungen: Zur Bestimmung der wahren Trockensubstanz sieht man den Sand durch ein Sieb von 120 Öffnungen auf die Zollänge und kocht ihn mit Salzsäure und schließlich mit Wasser aus, worauf der Sand geblüht wird.

Handelt es sich bei der Bestimmung der Farbe um Feststellung des Nachdunkelns der Saftfarbe in der Verdampfstation, so empfiehlt sich zunächst den Dicksaft auf die Konzentration des ursprünglichen Dünnsaftes zu bringen und die Farbe dieser Lösung mit derjenigen des ursprünglichen Dünnsaftes zu vergleichen. Vor der kolorimetrischen Messung müssen jedoch beide Proben durch ein Filter unter Zusatz gleicher Mengen von Kieselgur filtriert werden. Die zugesetzte Menge Kieselgur muß in beiden Fällen gleich sein (etwa 0·1 g auf 200 cm³ Saft), damit eine eventuelle Änderung der Farbe durch Einwirkung der Filtration mit Kieselgur in beiden Fällen die gleiche ist. Es empfiehlt sich die Kieselgur in der Richtung zu prüfen, ob sie nicht merklichen Einfluß auf die Saftfarbe ausübt. Aus den beiden kolorimetrischen Befunden wird dann das Nachdunkeln des Saftes bei der Verdampfung zum Ausdruck gebracht und zwar einerseits als Zunahme der Farbe auf 100 Teile Trockensubstanz, anderseits in Prozenten der ursprünglichen Dünnsaftfarbe.

Erste Füllmasse.

Probenahme: Füllmassen untersucht man aus zweierlei Gründen: einerseits zwecks Ermittlung des Verkochungsgrades (Kontrolle der Kocharbeit), anderseits behufs Berechnung der Ausbeute von Erzeugnissen (Kontrolle der Zentrifugenarbeit). Im ersten Falle nehmen wir die Probe im Gewichte von etwa 5 kg mittels eines mit langem Stiele versehenen Löffels während des Ablassens des Sudes in den Refrigeranten, im zweiten Falle ist es notwendig, von jedem Sude gesondert eine Probe der im Refrigeranten mit Sirup eingemaischten Füllmasse, sobald schon eine vollkommen homogene Masse vorliegt, zu nehmen.

Untersuchung: Die Analyse ist in einer im Verhältnis 1:1 (nach Gewicht) verdünnten Lösung vorzunehmen. Es empfiehlt sich, nach dem Verfahren Linsbauers zu arbeiten. (LC 39, 1920/21, 115.)

Zur Vornahme der Verdünnung 1:1 verwendet man Blechkannen von $\frac{1}{2}$ l Inhalt, wie sie für die Ausführung der heißen wässerigen Digestion vorgeschrieben sind. Vor der Untersuchung muß man stets die Gefäße durchsehen, ob sie vollkommen rein und ob deren Kautschukdichtungen unbeschädigt sind. Es empfiehlt sich, die Gefäße sowie die zu ihnen gehörigen Deckel zu numerieren.

Scheinbare Trockensubstanz: Nach Abnahme des Deckels wird das Gefäß auf einer Wage von 0·02 g Empfindlichkeit bei 250 g Belastung und 1 kg Tragfähigkeit austariert. Hierauf wähgt man genau 200 g warme, durchgemischte Füllmasse (hiezu eignen sich am besten eiserne Löffel) ab, setzt vorsichtig 200 cm³ kaltes, im Kolben von 200 cm³ Inhalt abgemessenes Wasser hiezu und wiegt das Ganze durch Zutropfen von Wasser aus einem Tropfflächchen genau auf 400 g aus. Nachdem noch einige Stückchen Blei eingelegt wurden, verschließt man das Gefäß luftdicht mit dem Deckel, bringt es in ein auf cca 98° C eingestelltes Wasserbad und schüttelt in Fünfminuten-Abständen durch. Nach 25 Minuten ist der Inhalt vollkommen in Lösung gegangen. Darauf setzt man das Gefäß in kaltes strömendes Wasser und schüttelt mehrere Male durch.

Nach dem Abkühlen wird geöffnet und der ganze Inhalt in ein Glas geschüttet, wobei man sich stets davon überzeugen muß, ob die ganze Füllmasse tatsächlich aufgelöst ist. Nun bestimmt man die scheinbare Trockensubstanz entweder pyknometrisch oder refraktometrisch. Für die pyknometrische Bestimmung eignet sich am besten ein genaues Pyknometer mit Kapillarpfropfen. Das Pyknometer muß stets zweimal mit der zu prüfenden Lösung ausgespült werden; dann füllt man bis zum Halsrand auf, temperiert auf die Temperatur des kalten Wasserbades (etwa 20° C), worauf erst der Hals mit dem Kapillarpfropfen verschlossen und die durch die Kapillare überlaufene Flüssigkeit rasch abgewischt wird; man nimmt das Pyknometer aus dem Wasser heraus, spült es ab, wischt es mit einem Tuch trocken und wähgt. Das ermittelte spezifische Gewicht wird mit Hilfe von Tabellen auf Ballingrade bezogen.

Nach dem Herausziehen des Pfropfens aus dem Pyknometerhalse und Einsenken eines kurzen Thermometers in die Flüssigkeit wird die Temperatur sichergestellt und durch Korrektion nach entsprechenden Tabellen werden die Saccharisationsgrade endgültig festgestellt. Die sich dabei ergebende Saccharisation wird verdoppelt und liefert dann den scheinbaren Trockensubstanzgehalt der ursprünglichen Füllmasse.

Zur refraktometrischen Bestimmung bedient man sich des Zuckerrefrakometers von Zeiß oder von Goerz für die Normaltemperatur von 20° C. Die Füllmasselösung wird im Wasserbade annähernd auf die Temperatur gekühlt, welche gerade das Thermometer des Refrakometers anzeigt. Dann bringt man mit Hilfe eines gut abgerundeten Glasstabes oder eines Kautschukstäbchens einige Tropfen Lösung auf das matte Prisma des Refrakometers und schließt sofort vorsichtig das Doppelprisma. Nach 1—2 Minuten richtet man die Grenzlinie der totalen Reflexion, die sich im Gesichtsfelde als die Trennungsline von Licht und Schatten zeigt, derart, daß sie genau durch die Mitte des Fadenkreuzes läuft, worauf die Anzeige auf der Skala abgelesen wird. Gleichzeitig stellt man die Angabe des in das Instrument eingesetzten Thermometers fest und korrigiert dann mit Hilfe entsprechender Tabellen den refraktometrischen Besund, der nach Verdopplung die Trockensubstanz der ursprünglichen Füllmasse angibt.

Nachdem die scheinbare Trockensubstanz in der Regel mit der wirklichen nicht übereinstimmt und überdies bei der Verdünnung 1:1 auch eine Kontraktion stattfindet, so bestimmt man in dem Wochendurchschnittsmuster der Füllmasse die Differenz zwischen der wirklichen Trockensubstanz und der nach der Verdünnung nach Linsbauer (1:1) bestimmten scheinbaren Trockensubstanz; die auf diese Weise festgestellte Korrektur wird dann bei den einzelnen Analysen berücksichtigt. Die Korrektur muß für die I. und für die II. Füllmasse separat bestimmt werden.

Die wirkliche Trockensubstanz bestimmt man durch Trocknung von 4—5 g der Lösung auf Sand wie beim Dicksaft.

Polarisation: Man wiegt das doppeltnormale Gewicht der hergestellten Lösung ab, spült in einen 200 cm³-Kolben, klärt mit 4 cm³ bas. Bleiacetatlösung, füllt auf, schüttelt, filtriert und polarisiert. Der Befund ist zu verdoppeln.

Alkalität: Man titriert 56 cm³ der hergestellten Lösung mit $\frac{1}{10}$ n-Säure gegen Phenolphthalein nach Zusatz von neutralisiertem Wasser.

Farbe: 40 g Lösung (= 20 g Substanz) verdünnt man auf 100 cm³ und bestimmt die Farbe im Stammerschen Kolorimeter.

Invertzucker und Kalk werden in derselben Lösung, in gleicher Weise wie beim Dicksaft beschrieben, ermittelt.

Rohzucker.

Probenahme: Für Betriebszwecke entnimmt man Rohzucker von verschiedenen Stellen der Haufen mittels eines langen Musterziehers. Ist der Rohzucker gesackt, werden die Muster entsprechend den Handelsgebräuchen (mindestens von jedem zehnten Sacke) gezogen. Da manchmal die untere Seite der Säcke von Sirup durchnäßt ist, so muß die Probenahme in solchen Fällen sehr vorsichtig vorgenommen werden.

Für die Herstellung der Handelsmuster von Rohzuckern sind im Forschungsinstitut der čsl. Zuckerindustrie die folgenden Richtlinien ausgearbeitet worden (siehe J. Vondrák, d. Z. 55, 1930/31, 371):

Die Einrichtung für die Herstellung der Rohzuckerproben besteht aus einer kreisrunden Schüssel und einem Drahtsieb. Die kreisrunde Schüssel mit einem Durchmesser von 50—60 cm und einer Wandhöhe von 15—25 cm kann z. B. aus Messingblech oder aus verzinktem, bzw. verzinnem Eisenblech verfertigt werden. Man kann auch ein emailliertes Gefäß benützen, allerdings muß die Emailschicht vollkommen unversehrt sein, denn abgesprungene Teilchen könnten leicht in die Probe gelangen und den Aschengehalt erhöhen. Die angeführten Dimensionen sind keineswegs streng verbindlich, denn die gleichen Dienste kann ein beliebiges kreisrundes Gefäß leisten, welches beim Geschirrhändler zu kaufen ist (z. B. Waschschüssel oder Weidling), soweit es genügend geräumig ist, damit der Zucker darin nicht eine zu starke Schicht bildet und beim Durchmischen über den Gefäßrand nicht herausfällt. Beufs leichterer Reinigung ist einem Gefäß mit abgerundeten Kanten ohne scharfe Winkel Vorzug zu geben. Das Sieb sei aus Messingdraht verfertigt (Drahtstärke z. B. 1 mm, Maschenweite 4 bis 5 mm). Die Siebgröße ist so zu wählen, daß man das Sieb einfach auf das Gefäß aufsetzen kann. Der Sieblauf kann aus Holz oder besser aus Blech sein. Sowohl das Gefäß wie auch das Sieb mögen ausschließlich für die Zubereitung der Rohzuckermuster verwendet werden, weil sonst leicht fremde Gegenstände in die Muster gelangen könnten.

Bei der Zubereitung des Musters empfiehlt das Forschungsinstitut der čsl. Zuckerindustrie den folgenden Vorgang, welcher mit den Einheitlichen Methoden in Einklang ist und den Usancen der Prager Waren- und Effektenbörse entspricht: Etwa von 50 Sack werden mit dem Probezieher die Proben entnommen; der so gewonnene Zucker wird auf ein Sieb gebracht, das auf das Mischgefäß aufgesetzt wird. Auf dem Siebe wird der Zucker mit der Hand oder mit Holzlöffel gemischt und vorhandene Klümchen unter schwachem Druck zerquetscht, was so lange vorgenommen wird, bis der ganze Zucker durch das Sieb durchgetrieben ist. Hierauf wird der in dem Gefäß aufgegangene Zucker durch gründliche Kreisbewegung mit den Händen oder mit dem Holzlöffel durchgearbeitet und nach 2 bis 3 Minuten langem Mischen werden drei Musterdosen nach den bisherigen Vorschriften mit dem Zucker gefüllt.

Für die Zwecke der Betriebskontrolle und ähnliches entnimmt man die Probe einem jeden Sud.

Untersuchung. Polarisation:^{*)} Das zweifache Normal-

^{*)} Laut Beschuß des Internationalen Kongresses für Zuckerfabrikanalysen, Amsterdam 1932 und mit Zustimmung des Ausschusses des Zentralvereines der čchoslowakischen Zuckerindustrie wurde ab 1. September 1933 das neue Normalgewicht 26.026 g für 100 cm³ 20°/4° (metrische) eingeführt. Bei Rohzuckern wurde zugleich die Klärungsmethode abgeändert und wurde anstatt der Klärung mit Bleissig Trockenklärung mit basischem Bleiacetat und zwar nach dem Auffüllen der Lösung zur Marke, eingeführt.

gewicht Rohzucker, d. i. 52.052 g, das auf einem Metallschiffchen rasch abgewogen wurde, wird in einen 200 cm³-Kolben gespült, zu $\frac{3}{4}$ des Kolbeninhalts mit destill. Wasser nachgefüllt und in kreisender Bewegung geschwenkt, bis sich sämtlicher Zucker gelöst hat; dann wird mit Wasser (ohne Klärung) bis unter die Marke aufgefüllt und durchgemischt. Ein Teil dieser Lösung wird zur konduktometrischen Aschebestimmung benutzt (siehe unten). Der Rest der Lösung wird mit trockenem pulverförmigem basischem Bleiacetat geklärt und zwar bei I. Produkt je 100 cm³ der Normallösung 0.35 g ± 0.05 Klärpulver, bei Nachprodukten 0.70 g ± 0.10 g bis 1.05 g ± 0.15 g. Das Abmessen der Portionen erfolgt mittels eines Löffels.

Da einige Gattungen des Klärpulvers ungenügend klären, darf ausschließlich trockenes pulveriges basisches Bleiacetat verwendet werden, welches vom Forschungsinstitut der tschechoslowakischen Zuckerindustrie geprüft und mit einem Zertifikat versehen wurde; die entsprechende Prüfung erfolgt vom Forschungsinstitut für Firmen, die an Zuckerfabriken Chemikalien liefern, kostenfrei. Nachdem das trockene basische Bleiacetat — ebenso wie seine Lösung — Kohlensäure aus der Luft absorbiert und auch etwas Feuchtigkeit anzieht, ist es nötig, dasselbe in gut schließenden, womöglich kleineren Fläschchen von 100 bis 250 g aufzubewahren.

Zu der aufgefüllten geklärten Lösung setzt man eine Messerspitze reine trockene Kieselgur zu, schüttelt gründlich durch und gießt den Kolbeninhalt soweit als nur möglich auf ein Filter, welches mit einem Uhrglas oder einer Glasscheibe bedeckt wird. (Es werden die Filtriergarnituren nach Weiß oder die des Forschungsinstituts der čsl. Zuckerindustrie, beschrieben in der Zt. Zuckerind. Čsl. Rep. 51, 1926/27, 519, empfohlen.) Der erste Anteil des Filtrates wird weggegossen; sobald der größte Teil des Filtrates durchgelaufen ist, füllt man mit dem vollkommen klaren Filtrate die Polarisationsröhren. Bei Massenuntersuchungen ist die Benutzung des Pelletschen Durchflußrohres zulässig.

Bei der Bestimmung der Polarisation von Rohzucker muß man immer das Bichromat-Lichtfilter benutzen. Sehr praktisch sind die von der Firma J. & J. Frič konstruierten Lichtfilter. Man verwendet eine Kalium-bichromatlösung von solcher prozentischen Konzentration, daß diese multipliziert mit der in Zentimetern ausgedrückten Stärke der Schicht, durch welche das Licht durchgeht, die Zahl 9 ergibt; z. B. bei einer Schichtstärke von $1\frac{1}{2}$ cm eine 6%ige Lösung, bei einer 2 cm starken Schicht eine 4%ige Lösung, usw.

Feuchtigkeit: Man wählt 10 g Rohzucker in ein Metallschälchen von 6—7 cm Durchmesser und 2 cm Höhe mit einfallendem Deckel ein und trocknet im doppelwandigen Trockenschrank ohne Vakuum bei 105° C durch $1\frac{1}{2}$ Stunden. Rohzucker, die mehr als 3% Wasser enthalten, trocknet man um $\frac{1}{2}$ Stunde länger. Der Gewichtsverlust wird als Wassergehalt angesehen. Für genauere Bestimmungen der Trockensubstanz für Zwecke der Betriebskontrolle kann man

Fortsetzung der Fußnote von Seite 48.

Die beiden Änderungen, nämlich das Normalgewicht 26.026 g und die Trockenklärung, müssen gleichzeitig eingeführt werden, so daß die durch das größere Normalgewicht verursachte Erhöhung der Rohzuckerpolarisation durch die Polarisationsverringerung, die sich bei der Beseitigung des bisherigen Einflusses des bei der Klärung entstehenden Niederschlagsvolumens ergibt, praktisch ausgeglichen wird. Das Ergebnis der Polarisation bei den Rohzuckern zeigt also gegenüber dem Ergebnis der bisherigen Methode praktisch keine Änderung.

Vakuumtrockenschränke verwenden und bis zur Gewichtsstabilität trocknen.

Asche (Gewichtsanalytische Methode): 3 g Rohzucker werden in ein Schälchen aus Porzellan, Quarz oder aus Platin eingewogen, mit Alkohol beträufelt und mit 10—20 Tropfen aschenfreier konz. Schwefelsäure versetzt; man zündet den Alkohol an und nach dem Verbrennen desselben glüht man in der Muffel, am besten in einer elektrischen, bei dunkler Rotglut so lange, bis sämtliche schwarze Teilchen verbrennen und eine weiße oder rötliche Asche erübrig. Enthält die Asche Sandkörnchen oder ist sie gesintert oder geschmolzen, muß die Bestimmung wiederholt werden. Die so ermittelte Aschenmenge, mit 30 multipliziert, zeigt den schon korrigierten prozentischen Aschengehalt, d. h. die um $\frac{1}{10}$ verringerte Sulfatasche.

Konduktometrische Bestimmung der Asche: Die normale unter Verwendung von destilliertem Wasser bereitete ungeklärte Rohzuckerlösung wird in das Konduktometer von Dr. Šandera eingefüllt und die Messung vorgenommen. Der Rest der Lösung wird geklärt und zur Polarisationsbestimmung benutzt.

Für die Aschenbestimmung in Rohzuckern wird im Einklang mit dem internationalen Beschuß die konduktometrische Methode für richtiger als die Verbrennungsmethode anerkannt. Bei Handelsanalysen wird in der Periode vom 1. September 1934 bis 31. August 1935 von den beiden vorgeschriebenen Aschenbestimmungen bei Zuckern bis zu 1.20% Asche immer eine Bestimmung nach dem Verbrennungsverfahren und eine Bestimmung konduktometrisch ausgeführt. In das Zertifikat wird das Mittel der beiden Bestimmungen eingetragen, wenn die Differenz 0.05% nicht übersteigt. Ist der Unterschied größer, wird eine weitere Analyse nach dem Verbrennungsverfahren ausgeführt und in das Zertifikat das Mittel der beiden Verbrennungsanalysen eingetragen. Bei Zuckern mit einem Aschengehalt über 1.2% wird die Asche nur durch Verbrennung bestimmt; bei Departageanalysen wird so wie bei den Handelsanalysen der Rohzucker vorgegangen.

Für Betriebszwecke empfiehlt sich die Ausführung der Analyse nach der von Dr. Vondrák in der Zt. Zuckerind. Čsl. Rep. 52, 1927/28, 381 veröffentlichten Methode. (Es wird das doppelte Normalgewicht Zucker abgewogen, in destilliertem Wasser gelöst, in einen 200 cm³-Kolben eingespült und ohne Klärung mit destilliertem Wasser nach entsprechender Temperierung zur Marke aufgefüllt; ein Teil der durchgeschüttelten Lösung wird zur Aschenbestimmung mittels des konduktometrischen Apparates von Šandera verwendet, in einem anderen Anteil der Lösung wird gegebenenfalls die Refraktion mit dem Zeißschen Eintauchrefraktometer mit auswechselbarem Prisma (Prisma Nr. II, oder mit dem Eintauchrefraktometer „Askania“ gemäß dem Entwurf A. Dolineks — siehe diese Zeitschr. 54, 1929/30, 627) bestimmt und gemäß dieser Angabe in der Tabelle der Wassergehalt des untersuchten Rohzuckers ermittelt. Dieser Befund muß um 0.1% vergrößert werden, da beide Tabellen für das Normalgewicht 26.00 g ausgearbeitet sind, während jetzt das Normalgewicht von 26.026 g eingeführt ist. Für die Polarisation wird die restliche Lösung (etwa 100 cm³) mit cca 0.35 g wasserfreien pulverförmigen basischen Bleiacetats (bei Nachprodukten mit etwa 0.7 g) geklärt; nach dem Durchschütteln wird dann die Lösung filtriert und das Filtrat polarisiert).

Reaktion: Man stellt eine Lösung von 1 g Phenolphthalein in 100 cm³ Alkohol und 50 cm³ Wasser her u. ergänzt das Gemisch nach vorheriger Neutralisation auf 200 cm³ mit neutralem destilliertem Wasser.

0.3 cm³ dieser Lösung (ungefähr 10 Tropfen) werden in ein weißes Porzellanschälchen gebracht, 25 cm³

neutralen destillierten Wassers zugesetzt und in das Gemisch etwa 10 g Rohzucker eingetragen. Ein roter Ring um den Zucker herum verrät die Alkalität.

Reagiert der Rohzucker gegen Phenolphthalein nicht alkalisch, muß man sich von seiner Reaktion durch eine neutrale Lackmuslösung oder mittels empfindlicher Lackmuspapiere überzeugen. In letzterem Falle geht man wie folgt vor: In ein starkwandiges Glasröhrchen von 6 cm Länge und 1 cm lichter Weite, das an seinem Ende abgeschliffen ist, stampft man mäßig mit Hilfe eines Glasstäbchens Rohzucker und benützt das Stäbchen auch zum Ausgleichen des unteren Teiles des Röhrchens. Das gefüllte Röhrchen stellt man auf einen Streifen neutralen empfindlichen Lackmuspapiers, der auf einem Porzellanplättchen aufliegt. Den Papierstreifen benetzt man vorher an der Stelle, wo wir das Röhrchen aufstellen wollen, mit einem Tropfen neutralen destillierten Wassers. Ein zweites in gleicher Weise mit Rohzucker adjustiertes Röhrchen stellt man auf einen blauen Lackmuspapierstreifen. Hierauf bringt man etwa 10 Tropfen neutrales destilliertes Wasser in ein jedes Röhrchen und wartet ab, bis die Flüssigkeit durch die Zuckersäule zum Porzellanplättchen gelangt ist; durch eine schiebende Bewegung entfernen wir dann das Röhrchen und spülen die Stelle, an welcher Rohzucker haftet, mit einem Strom neutralen destillierten Wassers ab. Selbst die geringste Farbenänderung ist dann auf dem mit dem weißen Porzellan unterlegten Lackmuspapier wahrnehmbar.

Die Gesamt-Alkalität bestimmt man durch Titration einer Lösung von 20 g Rohzucker in neutralem Wasser gegen Phenolphthalein oder Lackmus, was im Befunde ausdrücklich anzuführen ist. Für Handelszwecke wird Lackmus angewendet.

Invertzucker. Qualitativ: Etwa 10 g Rohzucker werden in 100 cm³ Soldainischer Lösung (oder in Lösungen von J. Urban, bzw. Ost) gelöst und 5 Minuten, vom Beginn des Siedens gerechnet, gekocht. Falls sich nach kurzem Stehen am Boden des Gefäßes deutlich merkbare Mengen von Kupferoxydul abscheiden, so ist Invertzucker vorhanden und man muß ihn quantitativ bestimmten (siehe S. 12). Bei Massenanalysen kann man den bei den Raffinerieanalysen angeführten Vorgang Ofners benützen.

Beurteilung der Farbe nach der Type: Die vergleichende Beobachtung der Farbe des Rohzuckers mit der Farbentypen wird nach der Vorschrift der Prager Waren- und Effektenbörse vorgenommen.

Bestimmung der Saccharose nach Clerget im Rohzucker. Das Doppeltnormalgewicht Rohzucker wird abgewogen, in einen 200-cm³-Kolben gespült und aufgelöst, mit möglichst wenig Bleisäure geklärt, aufgefüllt und filtriert.

Vom Filtrat werden 50 cm³ in ein 100-cm³-Kölbchen abgemessen, auf normale Temperatur gebracht, zur Marke ergänzt und polarisiert. Der bei Verwendung eines 200-mm-Polarisationsrohres abgelesene Befund wird verdoppelt (*P*). Mit derselben Pipette werden ferner in dasselbe Kölbchen abermals 50 cm³ des Filtrates abgemessen, 25 cm³ verdünnter Salzsäure (bereitet durch Verdünnung von 17 cm³ rauender Salzsäure von der Dichte 1·188 auf 100 cm³) zugesetzt und die Inversion, wie bei Melasse angegeben, durchgeführt. Nach der Inversion wird die Flüssigkeit durch Einstellen des Kölbchens in kaltes Wasser abgekühlt, das Thermometer herausgezogen und abgespült, der Kölbcheninhalt auf normale Temperatur gebracht, aufgefüllt und erst 20 Minuten nach dem Auffüllen (oder später) polarisiert. Bei Verwendung eines 200 mm-Rohres wird der Befund verdoppelt (*J*).

Die Saccharose nach Clerget wird dann nach der folgenden Formel berechnet:

$$S = \frac{P-J}{143 \cdot 00 - t/2}$$

(siehe *Vl. Stanek*, „Zeitschrift für die Zuckerindustrie“ 38, 1913/14, 289).

Es wird empfohlen das Studium der *Affinierbarkeit des Rohzuckers* weiter zu verfolgen.

Nachproduktfüllmasse.

Probenahme: Sie erfolgt wie bei erster Füllmasse. Die Probe aus dem Refrigeranten ist mindestens 6 Stunden nach dem Ablassen des Sudes zu nehmen, wenn nämlich sämtliches dem Sude zugezogenes und aus den Dämpfen gebildetes Wasser sich mit der Füllmasse vollkommen vermengt hat.

Untersuchung: Wie bei erster Füllmasse; zur Klärung behufs Polarisation muß man jedoch 10 cm³ bas. Bleiazetatlösung auf das doppelte Normalgewicht verwenden.

Sirupe und Melasse.

Probenahme: Mittels Probenehmern (B. Z. 1911/12, 521) werden die Proben aus den Reserven oder aus jedem Caisson gezogen. Bei Fässern entnimmt man die Probe einem jeden zehnten Faß. Vor dem Einfüllen in die Gläser filtriert man die Melasse durch ein grobes Sieb (Maschenweite etwa 2 mm).

Untersuchung: Zur Polarisation: Für die Zwecke der Betriebskontrolle wird nach gründlichem Durchmischen das einfache Normalgewicht auf 200 cm³ ausgewogen, die abgewogene Melasse bereits im Wägeschälchen in warmem Wasser mit Hilfe eines umgebogenen Glasstabes verrührt und erst dann in das Kölbchen eingespült, mit Essigsäure auf Phenolphthalein neutralisiert, mit 20 cm³ bas. Bleiazetatlösung geklärt, aufgefüllt, filtriert und polarisiert.

Zur direkten Polarisation für Handelszwecke wird das vierfache Normalgewicht der gut durchgemischten Melasse (Schaumbildung stört nicht) in wenig Wasser verrührt und in einen 400 cm³-Kolben gebracht, bzw. das fünffache Normalgewicht in einen 500 cm³-Kolben. Sobald die ganze Melasse durch kreisende Bewegung in Lösung gebracht wurde, wird mit Essigsäure auf Phenolphthalein neutralisiert (falls es sich um stark alkalische Melasse handelt), und der Schaum an der Oberfläche nach halbstündigem Stehen mit Äther oder Alkohol niedergeschlagen. Zum Herunterspülen darf nicht ein Wasserüberschuß genommen werden, um den Gesamtinhalt nicht zu überschreiten (mit Rücksicht auf das große Volumen der angewandten Klärmittel). Hierauf werden 80 cm³ (resp. 100 cm³ bei dem fünffachen Normalgewicht) der Herlesschen Bleinitratlösung (bereitet nach der neuen Vorschrift wie folgt: 340 g Bleinitrat werden in 1 Literkolben gespült und gelöst, worauf zur Marke aufgefüllt wird) zugesetzt, vorsichtig durch kreisende Bewegung durchgemischt und hierauf unter mäßiger fortwährender kreisender Bewegung 80 cm³ (resp. 100 cm³) Natronlauge nach Herles (ebenfalls von neu vorgeschriebener Konzentration: 32 g Natriumhydroxyd in 1 Literkolben gespült und zur Marke aufgefüllt) zugesetzt. Die geklärte Lösung wird nahe an die Marke aufgefüllt, mindestens eine halbe Stunde stehen gelassen, temperiert, zur Marke ergänzt, durchgeschüttelt, filtriert und polarisiert. Die Filtration ist bei zugedecktem Filter, wie dies schon auch für Rohzucker vorgeschrieben wurde, vorzunehmen. Bei Benutzung eines 200 mm-Polarisationsrohres werden direkt Prozente Zucker abgelesen.

Anmerkungen: Die Zusammensetzung der Klärmittel wurde derart abgeändert, damit kein Auskristallisieren von Bleinitrat stattfindet und die etwas hohe Konzentration der bisherigen Lauge nicht

nachteilig ist. Die Vorschrift zur Bereitung der Lösungen siehe auch auf S. 23. Bei der Klärung muß darauf geachtet werden, daß kein Schaum entsteht. Es empfiehlt sich Meßkolben mit genügend großem Raume über der Marke zu verwenden, um ein vollständiges Durchmischen zu ermöglichen. Wenn das Filtrat nicht auch zur Bestimmung des Zuckers nach Clerget dienen soll, so genügt, das doppelte Normalgewicht Melasse in einen 200 cm³-Kolben zu bringen und mit je 40 cm³ der beiden Herlesschen Klärmittel (nach neuer Vorschrift bereitet) zu klären.

Spezifisches Gewicht: Die Melasse wird in einem angewärmten Trichter oder einem Gefäß nach K. Urban (B. Z. 1910/11, 239) entluftet und die Dichte am besten mit dem Kovář-Pyknometer für Melassen bestimmt. Für Betriebszwecke untersucht man Sirupe und Melassen nach der Verdünnungsmethode 1:1 wie Füllmassen. Für die Betriebskontrolle empfiehlt es sich die refraktometrische Trockensubstanz auch in der unverdünnten Melasse zu bestimmen.

Reaktion: Sie wird nachgewiesen durch Eintragen eines Tropfens Melasse in eine Porzellanschale, die vorher mit neutralem Wasser und verdünnter Phenolphthaleinlösung versehen wurde. Falls die Melasse alkalisch ist, entsteht ein roter Ring. Für Handelszwecke benützt man als Indikator eine sehr verdünnte neutrale Lackmuslösung, welche man über die auf der Innenseite eines Reagensglases verrührte Melasse laufen läßt.

Einfacher kann man die Reaktion der Melasse in der Weise kontrollieren, daß eine kleine Menge Melasse in auf Lackmus neutralem Wasser verrührt wird; diese Lösung wird dann mittels Glasstabes auf ein empfindliches neutrales Lackmuspapier gebracht, worauf der Papierstreifen vorsichtig mit neutralem Wasser abgespült und die Farbe des Lackmuspapiers verglichen wird.

Die *Gesamt-Alkalität* (Azidität) bestimmt man durch Titration einer Lösung von 10 g Melasse in etwa 200 cm³ neutralen Wassers gegen Lackmus in einer Porzellanschale unter Zusatz von Bariumsulfat. Genauer läßt sich die Alkalität der Melasse quantitativ wie folgt feststellen: Abgewogene und mit neutralem, destilliertem Wasser hinreichend verdünnte 10 g Melasse titriert man unter Verwendung empfindlicher, frisch hergestellter neutraler Lackmuspapiere in der Weise, daß man einen etwa 10 cm langen und 1½ cm breiten Streifen dieses Papiers auf ein Porzellanplättchen legt. Man läßt dann der Melasselösung aus einer Bürette 1 cm³ 1/10 n-Säure zulaufen, entnimmt mit dem zum Röhren dienenden Glasstäbe einen Tropfen und zieht vom Rand des Papierstreifens quer darüber mit dem entnommenen Tropfen einen Strich. Nach Zusatz weiterer 0·5 cm³ Säure zieht man unterhalb des ersten Striches im Abstand von etwa 1 cm parallel einen zweiten Strich, bei den folgenden 0·5 cm³ ebenso einen dritten Strich usw., bis man deutlich eine rote Färbung (also Übertitrierung) wahrnimmt. Hierauf wird bei gleichzeitigem Neigen des Plättchens durch einen Strom neutralen Wassers in der Richtung der Striche der Lackmuspapierstreifen abgespült; man erkennt nach der fortlauenden Farbenänderung genau, bei welchem Striche bereits zu Ende titriert war, und rechnet die Alkalität darnach aus. Bei manchen starker alkalischen Melassen muß man die Bestimmung wiederholen und den ersten Tropfen vielleicht erst nach Zusatz von 5 cm³ Säure etc. entnehmen.

Zucker nach Clerget: Von dem Filtrat, welches nach der bei der direkten Polarisation für Handelszwecke (Herlesklärung) angeführten Vorschrift bereitet wurde, werden 50 cm³ in einen 100 cm³-Kolben gebracht, zur Marke ergänzt und polarisiert. Die Ablesung wird verdoppelt (P). Die Pipette muß separat nachgeeicht sein und zwar derart, daß die filtrierte

normale Melasselösung, nach Herles geklärt, bei zweimaligem Abmessen in den 100 cm³-Kolben genau zur Kolbenmarke reicht, was doch aus dem Grunde notwendig ist, weil die geklärte Melasselösung eine andere Viskosität aufweist als Wasser, mit welchem gewöhnlich die Pipetten geeicht werden. Für die Inversion werden 50 cm³ des Filtrates in einen 100 cm³-Kolben abgemessen, mit 30 cm³ verdünnter Salzsäure (bereitet aus 17 cm³ rauchender HCl von spezifischem Gewicht 1·188) versetzt, nach dem Einsenken eines genauen Thermometers wird der Kolben mindestens bis zur Mitte in ein auf höchstens 71° C angewärmtes Wasserbad von 1 bis 1½ Liter Fassungsraum eingestellt, unter stetigem Rühren durch kreisende Bewegung mindestens innerhalb 3 Minuten auf die Temperatur von 67° C gebracht und von diesem Augenblick an zwischen 67—69° C genau durch 5 Minuten gehalten; man kühlte hierauf rasch auf 20° C ab, spülte das Thermometer ab, füllt den Kolbeninhalt zur 100 cm³-Marke auf und polarisiert nach vorherigem Durchschütteln und Filtern die Lösung erst nach Verlauf von 20 Minuten (vom Auffüllen an gerechnet) in einem gläsernen Landolt*)-Rohre unter Ablesung der Beobachtungstemperatur; der Befund wird verdoppelt (J). (War die Lösung zu dunkel, so entfärbt man sie durch Zusatz von 0·3 g „Carbo animale puriss. pro analysi E. Merck“ oder mit höchstens 0·2 g Carboraffin oder Eponit, die vor der Filtration in den Kolben gebracht werden.) Die Saccharose wird berechnet nach der Herlesschen Formel

$$Cg = \frac{100 - \frac{P - J}{143\cdot5}}{\frac{t}{2}}$$

(Gegenüber der früheren Vorschrift, nach welcher die direkte Polarisation im ursprünglichen Filtrat, die Inversionspolarisation aber in der halben Verdünnung ausgeführt wurde, werden nun beide Polarisationen in der gleichen halben Verdünnung eingeführt, wodurch — bei Benützung derselben Pipette und desselben Kolbens — eventuelle Fehler in der Kalibrierung vermieden werden.)

Kohlensaure Asche: Abgewogene 3—5 g Substanz werden vorsichtig in einer Platinschale verkohlt, die mit einem Stäbchen zerdrückte Kohle mit Wasser ausgekocht, filtriert und ausgewaschen, das Filtrat in einem Becherglas aufgefangen. Hierdurch werden Alkalien beseitigt, die bei der weiteren Verbrennung zum Teil sich verflüchtigen würden. Der Rückstand samt dem Filter wird in die Schale zurückgegeben, vollständig zu Asche verbrannt, nach dem Abkühlen der Inhalt des Becherglases dazu gegossen, am Wasserbad abgedampft, getrocknet, geäugt, unter Zusatz eines Stückchens Ammoniumcarbonat ganz mäßig nachgeäugt und nach dem Auskühlen gewogen. Für die Zwecke der Betriebskontrolle wird die Sulfatasche wie beim Rohzucker oder die konduktometrische Asche bestimmt.

Bei *Untersuchungen von Melasse* wird empfohlen, zeitweise das Rendement der Melasse zu bestimmen (d. i. Polarisation, vermindert um die um 1/10 korrigierte fünffache Sulfatasche; theoretisch soll das Rendement gleich Null sein; bei schlecht entzuckerter Melassen steigt das Rendement, gut erschöpfte Melassen können auch negatives Rendement haben). Zur Berechnung des Rendements erfolgt die Aschebestimmung entweder gewichtsanalytisch durch Verbrennung (von der Sulfatasche wird 1/10 in Abzug gebracht), oder konduktometrisch in einer Lösung von 1·35 g Melasse in destilliertem Wasser, aufgefüllt auf

*) Das mit einem Thermometer versehen ist und unrichtigerweise Clerget-Rohr genannt wird.

100 cm³. Die Anzeige des Konduktometers wird mit 10 multipliziert.

Zur Bereitung der 1·35 g Melasse in 100 cm³ enthaltenden Lösung wird die Melasse entweder direkt eingewogen oder besser, es werden 4·6 cm³, einer Melasselösung 1:1 abgemessen und mit destilliertem Wasser auf 200 cm³ aufgefüllt, oder aber werden nach Prof. Dr. V. Konn 10·4 cm³ der halbnormalen ungeklärten Melasselösung abgemessen und zu 100 cm³ aufgefüllt.

Saturations- und Rauchgase.

Probenahme: Das Gas wird mittels eines an der Leitung angebrachten Hahnes, der fortwährend etwas geöffnet sein muß, direkt in den Apparat eingesogen. Man untersucht etwa einmal in 4 Stunden. Für Rauch-

gase werden ständige automatische Kontrollapparate (Ados, Monos, Ekonograf u. a.) empfohlen, die von Zeit zu Zeit mit dem Orsat-Apparat zu kontrollieren sind.

Zur Aufbewahrung und Beförderung der Proben können Fußball-Gummiblasen mit Vorteil verwendet werden. Sie fassen sehr viel und sind verhältnismäßig billig.

Analyse: Bei normalem Betriebe wird im Saturationsgas bloß Kohlendioxyd mit dem Stammer'schen Rohr oder dem Netopil'schen Apparat bestimmt; eine eingehende Analyse wird wie bei Rauchgasen mit dem Apparat von Kasalovský, Orsat, Peška u. dergl. ausgeführt. Gute Dienste leistet auch der Kontrollapparat von Siemens.

Anmerkung: Die Vorschrift für die Herstellung der Lösungen siehe auf Seite 24.

VERSCHIEDENE ANALYSEN.

Bestimmung der zerstörbaren Polarisation des Diffusions- und Preßsaftes.

In einem 1/4 l-Kolben gießt man etwa 1/4 l Rübenpreß- oder Diffusionssaft, klärt mit mäßigem Überschuß bas. Bleiacetats (20—25 cm³), füllt zur Marke auf und filtriert.

In dem Filtrat wird das überschüssige Blei durch pulvelförmiges Natriumoxalat ausgefällt (man überzeugt sich von der vollständigen Beseitigung des Bleies durch Zusatz einer Natriumoxalatlösung zu einem Teil der abfiltrierten Flüssigkeit) und nach abermaliger Filtration werden mit der Pipette je 75 bis 80 cm³ in zwei genau kalibrierte 100 cm³-Kölbchen abgemessen. In den einen Kolben setzt man 10 cm³ einer Natriumacetatlösung zu (Lösung I, Herstellung siehe unten), ergänzt mit destilliertem Wasser fast zur Marke, temperiert, füllt auf und polarisiert (P₁). In den zweiten Kolben setzt man 5 cm³ 20%iger Natronlauge (Lösung II) zu, bringt den Kolben auf 15 Min. in ein siedendes Wasserbad, worauf im kalten Wasser abgekühlt wird. Nach dem Abkühlen wird ein Tropfen alkoholischer Phenolphthaleinlösung zugesetzt und 50%ige Essigsäure bis zum mäßigen Ansäuern (etwa 2—3 Tropfen nach der Neutralisation) zugetropfelt, hierauf ergänzt man mit destilliertem Wasser fast zur Marke, temperiert, füllt auf und polarisiert (P₂).

Der Gehalt an durch Kalk zerstörbaren rechtsdrehenden Nichtzuckern (x) wird nach der folgenden Formel auf die Digestion (D) umgerechnet:

$$x = D \cdot \frac{P_1 - P_2}{P_1}$$

Anmerkungen: Man kann die Bestimmung auch mit dem Digestionssaft doppelnormaler Konzentration vornehmen (achtfaches Normalgewicht Rübenbrei, d. h. 208·2 g werden in das Digestionsblechgefäß gebracht, 30—40 cm³ bas. Bleiacetates und 185—195 cm³ Wasser zugesetzt, der Kolben wird verschlossen, in ein Digestionsbad auf eine halbe Stunde eingestellt, dann abgekühlt und filtriert. Aus dem Filtrat wird das Blei mit Natriumoxalat entfernt usw.).

Mit Vorteil kann man eine 76·85 cm³-Pipette (wie bei der Bestimmung des Invertzuckers in Rohzuckern) verwenden. Die beiden 100 cm³-Kölbchen müssen genau gleichen Rauminhalt haben.

Zumeist ist es nicht notwendig die zu polarisierenden Lösungen zur Polarisation zu filtrieren; im Bedarfssfalle müssen aber beide Lösungen doch filtriert werden und zwar unter Verwendung eines mit Glasplatte bedeckten Filters, wie dies bei Rohzucker angeführt ist.

Bei alterierten Rüben pflegt die mit Lauge er-

wärmte Lösung zu dunkel zu sein; in diesem Falle setzt man nach dem Neutralisieren 10 bis 20 mg Hydrosulfit (Blankit) zu, füllt auf usw.

Die beiden in den früheren Ausgaben der Anleitung angegebenen Methoden werden durch diese im Forschungsinstitut der česchoslovakischen Zuckerindustrie ausgearbeitete neue Methode ersetzt. (Zt. Zuckerind. Čsl. Rep. 50, 1925/26, 257).

Es wird nicht empfohlen, die rechtsdrehenden Nichtzuckerstoffe nach der Clergetmethode zu bestimmen, weil zur Erzielung eines richtigen Ergebnisses ein sehr genaues Polarimeter und eine vollkommene Temperierungsvorrichtung erforderlich ist.

Die zur Verwendung gelangenden Lösungen: Bereitung der Natriumoxalatlösung: Man neutralisiert eine in der Wärme gesättigte Oxalsäurelösung mit Natronlauge gegen Phenolphthalein. Die Natronlauge wird stets vor der Verwendung aus mit destilliertem Wasser abgespülten Ätznatron-Stangen frisch bereitet—200 g NaOH werden in destilliertem Wasser aufgelöst und auf einen Liter aufgefüllt. Mit dieser Lösung füllt man einen 500 cm³-Kolben bis zur Marke auf (Lösung II) und die in dem Literkolben zurückgebliebene zweite Hälfte der Flüssigkeit neutralisiert man mit Essigsäure und ergänzt zur Marke (Lösung I).

Invertzuckerbestimmung.*)

Der Invertzucker wird jetzt ausschließlich nach der ungenügenden jodometrische Ofsnerschen Methode wie folgt bestimmt (Zt. Zuckerind. Čsl. Rep. 56, 1931/32, 249).

A) Benötigte Lösungen:

Sie sind in der Übersicht der bei Zuckeranalysen zu verwendenden Lösungen angeführt (siehe S. 23).

B) Invertzuckerbestimmung im Rohzucker nach der direkten Methode Ofsners.

50 g Rohzucker werden in einen 200 cm³-Kolben eingespült, gelöst und zur Marke aufgefüllt, mit etwa 0·7 g trockenem pulverigem basischen Bleiacetat (bei

*) Da die bisher zur Invertzuckerbestimmung in Zuckersfabrikprodukten vorgeschriebene Herzfeldsche Methode keine genauen Ergebnisse liefert und namentlich mit dem Fehler der eigenen Reduktion durch die Saccharose, welche Reduktion sich nach dem Grad der Überhitzung ändert, belastet ist, wird folgerichtig für alle Invertzuckerbestimmungen in Zuckersfabrikprodukten die direkte ungenügende jodometrische Titrermethode Dr. R. Ofsners (Zt. Zuckerind. Čsl. Rep. 56, 1931/32, 249) eingeführt. Diese Methode ist zugleich auch für die Handelsanalysen von Rohzucker vorgeschrieben.

Nachprodukten mit der doppelten Menge) geklärt und filtriert. Vom Filtrat mißt man 160 cm^3 in einen 200 cm^3 -Kolben ab, setzt 15 cm^3 Natriumphosphatlösung (bei Nachprodukten 20 cm^3) zu, ergänzt zur Marke, fügt 1 g Entfärbungskohle (Norit oder ähnl.) zu, schüttelt gründlich durch und filtriert nach etwa $\frac{1}{4}$ ständigem Stehen. (Anm. Man kann auch in folgender Weise vorgehen: in ein 100 cm^3 -Kölbchen werden $76\cdot85 \text{ cm}^3$ des Filtrates von der Polarisationsbestimmung (d. h. der geklärten Normallösung) abpipettiert, 8 cm^3 Natriumphosphatlösung (bei Nachzuckern 10 cm^3) zwecks Entbleitung zugesetzt, zur Marke ergänzt, etwa $0\cdot5 \text{ g}$ Entfärbungskohle (Norit oder ähnl.) zugesetzt, tüchtig durchgeschüttelt und nach $\frac{1}{4}$ ständigem Stehen filtriert).

Vom Filtrat werden 50 cm^3 (10 g Zucker) in einen 300 cm^3 -Erlenmeyerkolben abpipettiert, 50 cm^3 Ofsnersche Kupferlösung zugesetzt, ferner noch auf einer Messerspitze Bimssteinpulver oder Talk, worauf auf einem, mit einer Asbestplatte mit kreisförmigem Ausschnitt im Durchmesser von $6\cdot5 \text{ cm}$ unterlegten Drahtnetz mit einem gewöhnlichen Brenner die Flüssigkeit in 4 bis 5 Minuten zum Sieden gebracht wird. Vom Beginn des Kochens wird die Flamme des Brenners so verkleinert, daß bloß die Flammenspitze das Drahtnetz berührt; die Flüssigkeit wird genau 5 Minuten im mäßigen Sieden erhalten, worauf sie sofort durch Einstellen des Kolbens in kaltes Wasser abgekühlt wird. Nach einigen Minuten setzt man der abgekühlten Flüssigkeit 15 cm^3 Normal-Salzsäure zu u. sogleich, unter mäßiger Kreisbewegung des Kolbens, einen Überschuß von $0\cdot0323$ norm. Jodlösung (5 bis 20 cm^3 nach der Menge des ausgeschiedenen Cu_2O), worauf der Kolben sofort zugestopft wird. Der Kolbeninhalt wird von Zeit zu Zeit durch kreisende Bewegung geschüttelt; nach 2 Minuten setzt man etwa 5 cm^3 Stärkelösung zu u. titriert mit $0\cdot0323 \text{ n}$ -Natriumthiosulfatlösung. Die verbrauchte Menge der Thiosulfatlösung wird von der zugesetzten Jodmenge abgezogen, wodurch der Verbrauch an Jodlösung ermittelt wird; diesen Verbrauch verkleinert man um 1 cm^3 (als Korrektur für die durch 10 g Saccharose bewirkte Reduktion) und berechnet den Invertzuckergehalt auf Grund der Tatsache, daß 1 cm^3 $0\cdot0323 \text{ n}$ -Jodlösung 1 mg Invertzucker entspricht (also bei 10 g Zucker $0\cdot01\%$).

Anmerkung. Im Falle als die Ofsnersche Lösung durch 10 g Zucker fast zur Gänze oder vollständig reduziert wird, muß zu der Reduktion von neuem das halbe, resp. ein Viertel event. ein noch kleineres Quantum genommen und mit destilliertem Wasser auf 50 cm^3 ergänzt werden, wobei ein entsprechend kleinerer Korrektionswert ($0\cdot5$ resp. $0\cdot25 \text{ cm}^3$, event. weniger) in Abzug gebracht wird.

C) Invertzuckerbestimmung im Dicksaft und in der Füllmasse. Von der Probe wird soviel abgewogen, daß 50 g Zucker darin enthalten sind, in einen Meßkolben von 200 cm^3 eingespült, mit etwa $2\text{--}3 \text{ cm}^3$ neutralem Bleiacetatlösungen geklärt, aufgefüllt und filtriert. Von dem Filtrate werden 80 cm^3 in ein 100 cm^3 -Kölbchen abpipettiert, mit etwa 10 cm^3 Natriumphosphatlösung versetzt und zur Marke ergänzt. Nach einem Zusatz von etwa $0\cdot5 \text{ g}$ Entfärbungskohle wird durchgeschüttelt, dann etwa $\frac{1}{4}$ Stunde stehen gelassen und hierauf filtriert. Vom Filtrat mißt man 50 cm^3 (= 10 g Zucker) ab und bestimmt den Invertzuckergehalt wie beim Rohzucker. Von dem gefundenen Verbrauch an Jodlösung wird 1 cm^3 als Korrektur für die Reduktion durch 10 g Saccharose abgezogen.

d) Invertzuckerbestimmung in Melasse und Abläufen. Das Normalgewicht ($26\cdot026 \text{ g}$) Melasse oder Sirup wird in einen 200 cm^3 -Kolben eingespült, mit 10 cm^3 neutralem Bleiacetat (250 g im Liter) geklärt, zur Marke ergänzt, durchgeschüttelt und filtriert. $153\cdot7 \text{ cm}^3$ des Filtrats (d. i. $2 \times 76\cdot85 \text{ cm}^3$) werden in einen

200 cm^3 -Kolben gebracht, 20 cm^3 Natriumphosphatlösung zugesetzt, aufgefüllt, durchgeschüttelt und in einen größeren Kolben (von etwa $300\text{--}400 \text{ cm}^3$ Inhalt) umgegossen. Hierauf werden etwa 4 g Aktivkohle (Norit o. a.) zugesetzt und der Kolbeninhalt einige Minuten tüchtig durchgeschüttelt; man läßt mindestens 15 Minuten stehen, worauf filtriert wird.

Vom Filtrat werden 50 cm^3 (= 5 g Melasse, resp. Sirup) abpipettiert und die Invertzuckerbestimmung wie bei Rohzucker angegeben ausgeführt, nur mit dem Unterschied, daß die Flüssigkeit anstatt 5 Minuten *7 Minuten im Sieden erhalten wird*. Von dem ermittelten Verbrauch an Jodlösung wird als Korrektion $1\cdot5 \text{ cm}^3$ für die Reduktion der anwesenden Saccharose und der Nichtzucker abgezogen; die so erhaltene Angabe wird auf den Invertzuckergehalt umgerechnet: 1 cm^3 $0\cdot0323 \text{ n}$ -Jodlösung entspricht 1 mg Invertzucker.

Anmerkung. Enthält die Melasse eine größere Menge Invertzucker, so daß das ganze Kupfer der Ofsnerschen Lösung reduziert wird, wird eine neue Bestimmung mit der halben Menge, resp. mit einem Viertel der Menge der Melasselösung ausgeführt; das Volumen wird mit destilliertem Wasser auf 50 cm^3 ergänzt und wird ein entsprechend kleinerer Korrektionswert ($0\cdot75$ resp. $0\cdot4 \text{ cm}^3$) in Abzug gebracht.

Die Korrektur $1\cdot5 \text{ cm}^3$ für 5 g Melasse (d. i. $0\cdot03\%$ auf Invertzucker berechnet) wurde als Durchschnitt zahlreicher Analysen festgesetzt; bei wissenschaftlichen Analysen empfiehlt es sich die Korrektur direkt in der bei Rübe angeführten Weise zu ermitteln.

e) Invertzuckerbestimmung in der Rübe und im Diffusionssaft. 50 g Rübenpreßsaft oder Diffusionssaft werden in einen 250 cm^3 -Kolben eingespült, mit neutralem Bleiacetat geklärt, zur Marke aufgefüllt, durchgeschüttelt und filtriert. Vom Filtrat werden 100 cm^3 in einen 200 cm^3 -Kolben abpipettiert, mit Natriumphosphatlösung entbleitet, aufgefüllt, geschüttelt und filtriert. Vom Filtrat werden 50 cm^3 (= 5 g Saft; bei größerem Invertzuckergehalt entsprechend weniger, mit dem zum Ergänzen auf das Volumen von 50 cm^3 notwendigen Wasserzusatz) abgemessen und die Invertzuckerbestimmung wie bei Rohzucker angegeben, ausgeführt. Von dem festgestellten Verbrauch an Jodlösung wird die in nachstehender Weise ermittelte Korrektion vorgenommen:

In einen Erlenmeyerkolben werden 50 cm^3 der geklärten und entbleiten Lösung gebracht (bei Produkten mit größerem Invertzuckergehalt event. weniger), 50 cm^3 Ofsnersche Lösung zugesetzt, hierauf sofort mit 15 cm^3 n. Salzsäure und einem Überschuß der $0\cdot0323 \text{ n}$ -Jodlösung versetzt und nach etwa 2 Minuten mit der $0\cdot0323 \text{ n}$ -Lösung von Natriumthiosulfat unter Zusatz von etwa 5 cm^3 Stärkelösung titriert. Den gefundenen Verbrauch an Jodlösung vergrößert man um $0\cdot1 \text{ cm}^3$ für jedes Gramm der anwesenden Saccharose und wird dieser Wert als Korrektion bei der Invertzuckerbestimmung abgezogen.

Anmerkung. Statt des geklärten Rübenpreßsaftes kann auch der Digestionssaft verwendet werden. Das Doppelnormalgewicht Rübenbrei, auf der Herlespresse zerrieben, wird in einen Kolben von 203 cm^3 Inhalt eingespült, mit $8\text{--}10 \text{ cm}^3$ neutralem Bleiacetatlösung geklärt, aufgefüllt und in der Kälte digeriert. Vom Filtrat werden 100 cm^3 in einen 200 cm^3 -Kolben abgemessen, das Blei mit Natriumphosphat entfernt, hierauf aufgefüllt, geschüttelt und filtriert. Zur Reduktion werden 50 cm^3 (= $6\cdot5 \text{ g}$ Rübe) oder weniger abgemessen und wird in gleicher Weise wie oben angegeben, verfahren.

Bestimmung des Kalkgehaltes in Zuckerprodukten.

A) Durch Titration mit Seifenlösung nach Clark: 10 cm^3 Saft oder einer entsprechend verdünnten Lösung eines

anderen Produktes werden in ein mit eingeriebenem Stöpsel und einer Marke bei 100 cm^3 verschenes Fläschchen abpipettiert, zur Marke mit destilliertem Wasser aufgefüllt, 2–3 Tropfen Ammoniak zugesetzt und sodann mit Seifenlösung titriert; nach Zugabe eines jeden cm^3 wird kräftig geschüttelt und dies so lange fortgesetzt, bis der Schaum mindestens 5 Minuten unverändert anhält. Vorher wird ein blinder Versuch mit destilliertem Wasser ausgeführt und die entsprechende Anzahl verbrauchter cm^3 Seifenlösung wird dann in Abzug gebracht.

Die Seifenlösung wird wie folgt bereitet: Abgewogene 10·08 g ch. r. Ölsäure werden in einem Literkolben in caa 500 cm^3 Alkohol von 96° aufgelöst; anderseits werden 2·6 g ch. r. Kaliumhydrat in 100 cm^3 Alkohol gelöst. Abgemessene 80 cm^3 dieser Lösung werden unter Zusatz von Phenolphthalein auf einmal der Ölsäurelösung zugesetzt und hierauf vorsichtig je 1 cm^3 der Laugenlösung zugegeben, bis dauernd rote Färbung zum Vorschein kommt; sodann wird mit Alkohol auf 1 Liter aufgefüllt. Bei der Neutralisierung darf nicht geschüttelt werden, damit die Flüssigkeit nicht zum Schäumen kommt. Von dieser Lösung entspricht 1 cm^3 10 mg CaO. Der Titer der Lösung wird durch eine Lösung von 0·436 g krist. Chlorbarium in 1 Liter kontrolliert, deren 100 cm^3 10 mg CaO entsprechen.

Eine eingehende Studie über die Bestimmung der Kalksalze nach Clark siehe: Spengler-Brendel, Zt. Ver. D. Zuckerind. 78, 1928, 175.

B) Durch Titration des ausgefällten Oxalats mit Kaliumpermanganat: 100 g Dünnensaft oder 35 g Dicksaft (oder im Verhältnis von 1:1 verdünnte Lösungen von Füllmassen und Sirupen), auf etwa 100 cm^3 mit destilliertem Wasser verdünnt, werden mit 0·5 cm^3 konz. Essigsäure angesäuert, in der Siedehitze mit überschüssiger Ammoniumoxalatlösung gefällt und etwa 1 Stunde am warmen Orte stehen gelassen; — hierauf filtriert man unter Absaugen durch ein Plättchen über eine Asbestschicht, wäscht mit heißem Wasser aus, bringt das Filter samt Niederschlag in das Becherglas zurück, setzt etwa 10 cm^3 Salpetersäure (1:2) zu und titriert in üblicher Weise mit einer Kaliumpermanganatlösung (z. B. mit $n/10$ Lösung, d. i. 3·2 g kristallisiertes KMnO_4 auf 1 Liter. 1 cm^3 dieser Lösung entspricht etwa 2·8 mg CaO; zur Titerstellung verwendet man $n/10$ Oxalsäurelösung [6·303 g reinste kristallisierte Oxalsäure im Liter]; 1 cm^3 dieser Lösung entspricht genau 2·803 mg CaO. Statt Asbest kann man sich auch eines kleinen Papierfilters bedienen, für welches allerdings eine aus einem Blindversuch ermittelte Korrektur berücksichtigt werden muß).

Anmerkungen: Der bei dem Ansäuern mit Salpetersäure benützte Asbest kann nach dem Auswaschen wieder zur weiteren Bestimmung der Kalksalze verwendet werden. Falls jedoch zum Ansäuern des Gemisches Schwefelsäure (wie früher vorgeschrieben war) verwendet wurde, kann der Asbest ohne verhältnismäßig komplizierte Regenerierung nicht von neuem benutzt werden.

Man muß sich überzeugen, ob die verdünnte Salpetersäure (1:2) nicht an sich schon die Chamäleonlösung entfärbt und muß gegebenenfalls die nötige Menge Permanganat zum ganzen Vorrat der verdünnten Säure zugesetzt werden.

UNTERSUCHUNGEN IN DEN RAFFINERIEN.

Rohzucker und Affinade.

Probenahme: Die Proben entnimmt man ständig mittels Probenehmers aus Säcken, Wagen oder von der automatischen Zuckerwage, von welcher der Roh-

C) Durch Titration des durch Soda ausgeschiedenen Calciumcarbonats: Zur raschen Orientierung fällt man die Zuckerlösung in der Siedehitze mit Soda oder Ammoniumcarbonat im Überschuß, filtriert, wäscht gut mit warmem Wasser aus, bringt das Filter in das Becherglas zurück, setzt einen Überschuß von $n/10$ Säure zu, kocht auf und titriert die umverbrauchte Säure mit $n/10$ Lauge auf Methylorange.

Bestimmung der Wasserstoffionenkonzentration.

In der Zuckersfabrikation ist allgemein seit den ersten Anfängen der chemischen Betriebskontrolle die titrimetrische Bestimmung der Alkalität in Gebrauch. Da jedoch manche Reaktionen eher durch den effektiven Stand der Alkalität gegeben sind, den man ziffernmäßig durch die Wasserstoffionenkonzentration ausdrücken kann, gewinnt diese Methode der Alkalitätsbestimmung an Berechtigung und wird in Zuckersfabrikslaboratorien immer mehr eingeführt. Dabei ist es absolut notwendig, diese beiden Begriffe immer genau zu unterscheiden mit Rücksicht darauf, weil sie zwei vollständig abweichende Faktoren einer und derselben Eigenschaft, der Alkalität, anzeigen: 1. Die Gesamtkalität, die titrimetrisch bestimmt und in der Zuckersfabrikation gewöhnlich in Prozenten CaO ausgedrückt wird; durch dieselbe ist die Gesamtmenge der in der Lösung alkalisch reagierenden Substanzen bestimmt. 2. Die wahre oder effektive Alkalität, die potentiometrisch oder kolorimetrisch ermittelt und als pH — die Wasserstoffionenkonzentration — ausgedrückt wird; pH gibt nicht die Menge der anwesenden alkalisch reagierenden Stoffe an, sondern deren tatsächliche Alkalität.

In den einheitlichen Methoden wurden keine bestimmten Verfahren zur Bestimmung der Wasserstoffionenkonzentration beschrieben, weil — trotz vieler bedeutsamer Arbeiten auf diesem Gebiete — bisher keine Einheitlichkeit in der Ausführung der einzelnen Methoden dieser Bestimmung erzielt wurde, was schon daraus hervorgeht, daß fast in einer jeden Zuckersfabrikgruppe, wo der Betrieb durch die Feststellung von pH kontrolliert wird, eine andere Bestimmungsmethode Anwendung findet.

Bestimmung der Sulfite in Zuckersfabrikprodukten

32 g der untersuchten Substanz werden in einer Porzellanschale in etwa 100 cm^3 Wasser gelöst, mit Salzsäure mäßig angesäuert und mit etwas Stärkekleister versetzt (die Bereitung desselben siehe unter Analyse von Raffinade). Man titriert mit einer $n/100$ -Jodlösung bis zur deutlichen Blaufärbung des Gemisches. Jeder Kubikzentimeter der verbrauchten Jodlösung entspricht 0·001% SO_2 in dem untersuchten Produkt.

Die Ergebnisse sind nicht vollkommen genau, weil auch ungeschwefelte Säfte etwas Stoffe enthalten, welche langsam Jod binden und die Lösung bereits nach beendeter Titration wieder entfärbten; deshalb ist der Farbenumschlag der Titration nicht genug sicher.

Bereitung der $n/100$ -Jodlösung: 1·2692 g reines Jod und ungefähr 10 g reines Jodkalium werden in etwa 20 cm^3 Wasser gelöst, die Lösung in einen Literkolben gespült und zur Marke ergänzt.

Zucker in das Maischgefäß für Affinade befördert wird. Proben der Rohzucker-Affinade, des affinierten Sirupzuckers und der affinierten Nachprodukte werden jede halbe Stunde in Mengen von etwa $1/4$ kg mittels eines kleinen Blechgefäßes an der Stelle entnommen,

wo die Affinade in die Auflösepfannen fällt. Die Proben werden in großen, gut verschließbaren Blechgefäßen gesammelt. Einmal in 8 oder 12 Stunden mischt man die großen Muster auf einer Glas- oder Blechplatte durch und es werden hievon Durchschnittsmuster in Blechbüchsen gebracht und zur Untersuchung verwendet.

Untersuchung des Rohzuckers. Man bestimmt die Polarisation, den Wassergehalt, Asche, organ. Nichtzuckerstoffe, Rendement, Aschenreaktion, eventuell die Reinheit. Die Anleitung hiezu befindet sich auf Seite 8.

Farbe: Für Handelszwecke führt man einen Vergleich mit der Farbentyp nach der Vorschrift der Prager Waren- und Effektenbörsen aus.

Invertzucker bestimmt man qualitativ bei Massenanalysen nach Ofner wie folgt: Ungefähr 2 g Zucker löst man durch Schütteln in einer numerierten Eprouvette (Dimensionen etwa 20×2 cm) mittels 10 cm^3 modifizierter Soldainischer Lösung. Die Reagensgläschchen stellt man dann in ein kochendes Chlorcalciumbad (Siedepunkt 105 bis 106°C) und beläßt sie darin 5 Minuten. Nach Ablauf dieser Zeit werden sie herausgenommen und abgespült. Nach ungefähr einer halben Stunde überzeugt man sich, in welchen Eprouvetten sich am Boden deutliche Mengen braunroten oder roten Kupferoxydulniederschlags ausgeschieden haben, was auf die Anwesenheit von Invertzucker hinweist.

Die Bereitung der nötigen Lösung ist auf Seite 23 angegeben.

Bei Massenanalysen empfiehlt es sich die nötige Menge Reagens vorher auf etwa 50°C anzuwärmen, damit sich der Zucker darin rascher auflöst.

Als Bad für gleichzeitige etwa zehn Untersuchungen empfiehlt sich ein Emailtopf von cca 12 cm Höhe und cca 14 cm Breite. Die Calciumchloridlösung (400 g CaCl_2 und 1 Liter Wasser, Siedepunkt cca $105-106^\circ\text{C}$) reicht bis zur Höhe von cca 7-5 cm über den Boden (durch Marke bezeichnen!). Die Oberfläche des Bades muß höher sein als die Oberfläche der Lösung in den Eprouvetten. Das verdunstete Wasser wird nach jedem Kochen zu dieser Marke ergänzt. Nach öfterem Benützen ist es nötig auch etwas Calciumchlorid zuzusetzen, falls das Thermometer, wovon man sich öfter überzeugen soll, einen niedrigeren Siedepunkt des Bades als 105°C anzeigt. (Zt. Zuckerind. Čsl. Rep. 59, 1924/25, 87 und 209, 50, 1925/26, 53.)

Raffinerien und gemischten Betrieben wird eine häufige Kontrolle der Affinierbarkeit von Rohzucker nach Dr. K. Šandera (siehe d. Z. 55, 1930/31, 423) sowie die Bestimmung des „korrigierten Rendements“ (d. Z. 55, 1930/31, 471) empfohlen.

Untersuchung des affinierten Zuckers: Polarisation: Das doppelte Normalgewicht wird in einen 200 cm^3 -Kolben gespült, nach Auflösung 2 Tropfen bas. Bleiacetatlösung zugesetzt, zur Marke aufgefüllt, etwas Kieselgur zugegeben, durchgeschüttelt, filtriert und unter Verwendung des Bichromat-Lichtfilters polarisiert. Die 200 cm^3 -Kolben müssen besonders genau kalibriert sein und die Eichungstemperatur genau eingehalten werden.

Asche: 9 g Substanz verascht man in der unter „Rohzucker“ angeführten Vorschrift. Die Aschenauswage mit 10 multipliziert, ergibt Prozente der auf kohlensaure Asche umgerechneten Sulfatasche. Für die Betriebskontrolle ist vorteilhafter die Aschenbestimmung nach dem konduktometrischen Verfahren mit Hilfe des Šandera-Apparates auszuführen.

Wasser: 10 g Substanz trocknet man nach der bei Rohzucker angeführten Vorschrift bis zur Gewichtskonstanz. Aus den Befunden berechnet man die organischen Nichtzuckerstoffe, das Aschenrendement, gegebenenfalls auch die Reinheit.

Raffinade.

Probenahme: Die Bemusterung muß in der Weise vorgenommen werden, daß die Probe dem Qualitätsdurchschnitt der ganzen Ware entspricht (es genügt nicht z. B. bei den Broten bloß die Spitze, die ja meistens der aschenreichste Teil ist). Bei Stückware wird das Muster zerrieben.

Untersuchung: Polarisation: Es wird möglichst genau das doppelte Normalgewicht (52-052 g) Raffinade event. zerrieben abgewogen, in einen 200 cm^3 -Kolben ($20^\circ/4^\circ$) gespült, nach dem Auflösen und Temperieren aufgefüllt, durchgeschüttelt, nötigenfalls unter Bedeckung des Filters filtriert, der erste Anteil des Filtrates weggeschüttet und der weitere Anteil polarisiert. Dabei muß man sich von der Richtigkeit der Polarimeterskala mit einer Kontrollquarzplatte von der Drehung $95-100^\circ\text{V}$ überzeugen. Die Länge der Polarisationsröhre muß nachgemessen sein; die Polarisation ist bei einer möglichst nahe bei 20°C liegenden Temperatur vorzunehmen. Die Verwendung eines Bichromatfilters ist unerlässlich.

Feuchtigkeit: 10-g zerriebener Raffinade werden in einem Metallschälchen bei 105°C zur Gewichtsbeständigkeit getrocknet.

Asche: 10 g Raffinade werden in einer Platinschale unter Zusatz von $2-3 \text{ cm}^3$ konzentr. (aschenfreier) Schwefelsäure verbrannt. Für genaue Analysen empfiehlt es sich den Zucker in einer größeren Platinschale zu verkohlen, die Zuckerkohle dann quantitativ in ein kleines gewogenes Platinschälchen zu bringen und in diesem die weitere Verbrennung auszuführen. In Ermangelung einer größeren Schale kann man auch in der Weise vorgehen, daß in einem kleinen Platinschälchen 3 g Raffinade unter Zusatz von Schwefelsäure verkohlt werden, zu der entstandenen Kohle wählt man weitere 3 g Raffinade hiezu, nach ausgeführter Verkohlung und erfolgtem Auskühlen setzt man abermals eine weitere Gabe zu usf., bis die gewünschte Menge erreicht ist, und dann erst wird die Kohle vollständig verbrannt.

Den Aschengehalt in Raffinaden kann man auch mittels des konduktometrischen Apparates von Šandera unter Verwendung eines speziellen Gefäßes bestimmen (siehe Zt. Zuckerind. Čsl. Rep. 52, 1927/28, 405).

Den qualitativen Nachweis von Invertzucker führt man nach der Vorschrift Ofners (siehe diese Seite) aus.

Quantitative Bestimmung des Invertzuckers in der Raffinade. 20 g Raffinade werden in destilliertem Wasser gelöst, in ein 100 cm^3 -Kölbchen eingespült, worauf aufgefüllt, geschüttelt und event. filtriert wird. Von der Lösung werden zu der Reduktion 50 cm^3 (= 10 g Zucker) abpipettiert und die Invertzuckerbestimmung wie bei Rohzucker angegeben ausgeführt. Von dem Verbrauch an 0-0323 n. Jodlösung wird $1-0 \text{ cm}^3$ als Korrektur in Abzug gebracht.

Anmerkung. 10 g reinster Saccharose verbrauchen nur etwa $0-5 \text{ cm}^3$ der 0-0323 n. Jodlösung. Bei Handsanalysen werden jedoch Raffinaden, die einen unkorigierten Verbrauch von $1-0 \text{ cm}^3$ oder darunter aufweisen, als invertzuckerfrei betrachtet.

Für die Invertzuckerbestimmung wird die Raffinadelösung weder geklärt noch mit Entfärbungskohle gereinigt.

Bestimmung des Gehaltes an SO_2 : In der Raffinade: 50 g Raffinade werden auf einer Tarawage abgewogen, in 100 cm^3 kalten destillierten Wassers gelöst, 10 cm^3 einer 20%igen Jodkaliumlösung, 5 cm^3 verdünnter Salzsäure (1:1), 5 cm^3 Stärkekleister zugesetzt, worauf mit einer n_{41} Jodlösung bis zur Blaufärbung (des Stärkeleisters), die mindestens 2 Minuten anhalten muß, titriert wird. 1 cm^3 der verbrauchten Jodlösung entspricht 1 Milliontel SO_2 im Zucker, d. i. 1 mg SO_2 in 1 kg Zucker bzw. 1 Zehntausendstel Prozent.

Bereitung der Lösungen:

1. 0·1981 g reines Jod und etwa 2·5 g reines Jodkalium werden in 1 bis 2 cm³ Wasser gelöst, die Lösung in einen Literkolben gespült und mit Wasser bis zur Marke verdünnt.

2. Etwa 20 g reines Jodkalium werden in 1 Liter destillierten Wassers gelöst.

3. 0·5 g Stärke verteilt man in cca 10 cm³ kalten Wassers, gießt langsam in 200 cm³ heißen Wassers und kocht durch 10 Minuten. Die Stärkelösung hält bloß einige Tage, durch Zusatz einer Messerspitze HgJ₂ wird deren Dauerhaftigkeit bedeutend erhöht.

Prüfung der zur Anwendung gelangenden Lösungen: Zu 100 cm³ Wasser setzt man 10 cm³ Jodkaliumlösung, 5 cm³ Stärkelösung und 5 cm³ Salzsäure 1:1zu; dabei muß die Flüssigkeit farblos bleiben und einige Tropfen Jodlösung müssen eine dauernde Blaufärbung hervorrufen.

Anmerkungen: Bei einer großen Anzahl von Untersuchungen wird der Zucker direkt in 100 cm³ des Gemisches von 1 Liter destillierten Wassers mit 100 cm³ Jodkaliumlösung und 50 cm³ Stärkelösung gelöst. Die Salzsäure wird unmittelbar vor der Titration zugesetzt. Es wird nicht empfohlen, dieses Gemisch auf Vorrat zu bereiten.

(Das englische Gesetz verbietet einen Zucker mit mehr als 70 Millionteln SO₂, d. i. mit mehr als 70 mg SO₂ in 1 kg Zucker, d. h. 0·007%; bei unseren Raffinaden wurden zumeist Werte unter 10 Millionteln SO₂ gefunden und nur selten wurde dieser Wert ganz geringfügig überschritten.)

Bei Raffinaden erwies sich als wertvoll die Bestimmung des Karamelisationstestes (siehe d. Z. 54, 1929/30, 405).

Bestimmung der Farbe und des Invertzuckers in Raffinerieprodukten.

Bestimmung der Farbe in Raffinerieprodukten: Die Farbe wird mittels des Stammerschen Kolorimeters oder Dr. Šanderas Photokolorimeters in der nicht allzu konzentrierten Lösung bestimmt; trübe Lösungen müssen vorher unter Zusatz von Kieselgur, welche praktisch die Farbe der Lösung nicht ändert, filtriert werden. Das Ergebnis wird auf 100 Trockensubstanz umgerechnet und entweder in Graden Stammer oder als Fuskazinsäure zum Ausdruck gebracht. Dabei ist darauf Rücksicht zu nehmen, daß das Kolorimeter die Farbe auf das Volumen bezogen und nicht auf das Gewicht der Lösung anzeigt (siehe V. Sázavský, Zt. Zuckerind. Čsl. Rep. 45, 1920/21, 299).

Die Invertzuckerbestimmung in Raffinerieprodukten.

Sie wird in gleicher Weise wie bei Rohfabrikprodukten von analogen Quotienten ausgeführt.

Bei geschwefelten Produkten empfiehlt es sich bei bedeutenderem Verbrauch an Jodlösung einen blinden Versuch, wie oben bei der Invertzuckerbestimmung in der Rübe angeführt wurde, vorzunehmen und die gefundene, um 0·1 cm³ für jedes Gramm der anwesenden Saccharose vergrößerte Korrektion abzuziehen.

Der Affinationsablauf.

Probenahme: Jede ½ Stunde läßt man in ein mit Deckel verschenes Blechgefäß von 5 Litern Inhalt etwa ¼ Liter Affinationsablauf mit Hilfe eines an der Sirupleitung, die vom Reservoir zum Maischgefäß für Affinade führt, angebrachten Hahnes. Einmal in 4 Stunden wird der Ablauf in dem Sammelgefäß tüchtig durchgemischt und ein Durchschnittsmuster von etwa 1 Liter entnommen, der übrige Inhalt des

Sammelgefäßes wird aber sofort in die Affinationsmaische geschüttet.

Untersuchung: Sie wird wie beim Sirup in der Rohzuckersfabrik in Verdünnung 1:1 ausgeführt. Außerdem empfiehlt es sich einmal in 24 Stunden den Invertzucker wenigstens qualitativ zu bestimmen.

Für die übliche Kontrolle genügt in der Regel die Bestimmung der direkten Refraktion bei gleichzeitiger Messung der Temperatur des Sirups im Reservoir.

Klären nach der mechanischen Filtration.

Probenahme: Jede 2 Stunden werden Proben in breite Reagensgläser aus den Auslaufhähnen der Filterrohre entnommen, wobei es nötig ist darauf zu achten, daß die Probe nicht von dem eben ausgesüßten Filter genommen wird.

Untersuchung: Man bestimmt die Alkalität durch Titration von 28 cm³ Kläre nach Verdünnung mit neutralem Wasser, mit 1/10 n-Säure gegen Phenolphthalein als Indikator. Die von der Alkalitätsbestimmung erübrigenden Muster gießt man stets in Glaszyllinder zusammen und in den so erhaltenen Proben bestimmt man einmal in 12 Stunden die Dichte, wie auch mittels des Stammerschen Farbmaßes oder des Photokolorimeters nach Dr. Šandera die Farbe.

Klären nach der Spodiumfiltration.

Probenahme: Jede 2 Stunden entnimmt man die Proben aus den Auslauffrinnen der Filterbatterie an der Stelle, wo die Klären die Rinnen verlassen.

Untersuchung: Die Alkalität bestimmt man durch Titration von 28 cm³ Kläre nach Verdünnung mit neutralem Wasser mit 1/10 n-Säure gegen Phenolphthalein als Indikator. Der Rest der Proben von der Alkalitätsbestimmung wird in Glaszyllindern, in die vorher ein Kristallchen Thymol gebracht wurde, aufbewahrt. Man muß darauf achten, daß die verschiedenen Klären nicht verwechselt werden. Einmal in 8 oder 12 Stunden wird die Untersuchung dieser Durchschnittsmuster ausgeführt.

Polarisation: Das einfache Normalgewicht Kläre wird in einen (genau geeichten) 100 cm³-Kolben gespült, mit Wasser vermischt, zur Marke aufgefüllt, worauf der Kolben auf die entsprechende Eichungstemperatur abgekühlt wird; man füllt dann genau auf, schüttelt durch und füllt sofort in Polarisationsröhren. Man polarisiert bei Vorlage des Bichromat-Lichtfilters.

Die scheinbare Trockensubstanz wird mittels Pyknometern oder refraktometrisch bestimmt. Aus den Ergebnissen wird die Reinheit berechnet. Außerdem bestimmt man die Farbe mit Hilfe des Stammerschen Farbmaßes oder des Photokolorimeters nach Dr. Šandera.

Es wird zeitweilige Prüfung auf Invertzucker empfohlen.

Deckkläre.

Probenahme und Untersuchung: Aus jeder Deckklärpfanne entnimmt man, bevor die Kläre in die Druckbehälter für die Spodiumfiltration gepumpt wird, eine Probe in ein Glas; diese kontrolliert man auf ihre Farbe gegen lichtes Papier und bestimmt dann nach Verdünnung mit neutralem Wasser ihre Alkalität durch Titration in 28 cm³ gegen Neutralrot oder Bromthymolblau als Indikator. Die Proben der über Spodium filtrierten Kläre entnimmt man in gleichen 2ständigen Abständen wie bei Klären den Auslauffrinnen der Spodiumfilter, man bestimmt die Alkalität gegen einen der beiden genannten Indikatoren nach Verdünnung mit neutralem Wasser und im Durchschnittsmuster in je 8–12 Stunden die Farbe.

Außerdem kontrolliert man die Saccharisation der kalten, zum Decken vorbereiteten Kläre mit Spindeln direkt bei den Vorratsbehältern, um sich zu überzeugen, ob die vorgeschriebene Dichte eingehalten wurde und ferner, ob die Deckkläre nicht zu heiß oder überkühlt ist.

Absüßwässer nach der mechanischen und der Spodium-Filtration.

Probenahme: Von jedem ausgesüßten mechanischen oder Sandfilter wird, bevor man zum Waschen schreitet, eine Probe entnommen, die sofort abgekühlt werden muß. Ebenso wird aus jedem ausgekühlten Spodiumfilter, bevor das Wasser aus dem Filter in den Kanal abgelassen wird, ein etwa $\frac{1}{4}$ Liter betragendes Muster, welches sofort gekühlt wird, gezogen.

Untersuchung: Man füllt mit dem abgekühlten Absüßwasser einen 100 cm^3 -Kolben, setzt einen Tropfen bas. Bleiacetatlösung und etwas Kieselgur zu, schüttelt durch, filtriert und polarisiert. Reine Absüßer können nach dem Abkühlen direkt ohne Klärung und Filtration polarisiert werden. Der Prozentgehalt an Zucker wird aus der Neumannschen Tabelle berechnet.

Raffineriefüllmassen.

Probenahme: Raffineriefüllmassen werden sämtlich mindestens einmal in 12 Stunden untersucht. Die Probe wird in einer Menge von etwa 3 kg in der bei der Rohzuckerfüllmasse angegebenen Weise entnommen und in emaillierte Blechschalen gebracht. Da die Probe infolge Abkühlung am Boden fest wird und der Sirup an der Oberfläche verbleibt, muß das Muster sofort mit einem eisernen Spatel mehrere Male gründlich durchgemischt und die Füllmasse im warmen Zustande in Blechkolben eingewogen werden.

Untersuchung: Die durch Verdünnung von 1:1 nach Linsbauer (S. 7) erhaltenen Füllmasselösungen untersucht man auf Trockensubstanz in der bei der Rohzucker-Erstproduktfüllmasse angeführten Weise.

Polarisation: Das doppelte Normalgewicht der Lösung wird in einem 100 bzw. 200 cm^3 -Kolben gespült und bei der Raffinaden-Füllmasse mit 1 Tropfen, bei der Kristallfüllmasse mit 3 Tropfen, bei der III. Füllmasse mit 1 cm^3 , bei der Sirupzuckerfüllmasse mit 5 cm^3 , bei Nachproduktfüllmassen mit 10 cm^3 bas. Bleiacetatlösung versetzt. Überdies gibt man bei der I., II. und III. Füllmasse nach dem Temperieren des Kolbeninhaltes auf die Eichungstemperatur eine Messerspitze Kieselgur zu, nach dem Durchschütteln und Filtern wird dann unter Vorschaltung des Bichromat-Lichtfilters polarisiert.

Außerdem bestimmt man die Alkalität gegen Neutralrot oder Bromthymolblau.

Zur Charakterisierung der Füllmassequalität kann mit Vorteil die Aschenbestimmung entweder mittels des konduktometrischen Apparates oder durch direkte Verbrennung wie beim Rohzucker benutzt werden.

Raffineriesirupe.

Einmal in 12 Stunden werden sämtliche Raffineriesirupe untersucht.

a) *Sirupe von Brot und gegossenen Würfeln.*

Probenahme: Proben werden gegen Ende der Schleuderung der ganzen Zentrifugenfüllung aus den Behältern unterhalb der Zentrifugen nach gründlichem Durchmischen ihres Inhaltes genommen. Die Siruppumpen müssen während der Schleuderdauer der Zentrifugen abgestellt sein.

Untersuchung: Sie wird in derselben Weise wie bei Klären nach der Spodiumfiltration ausgeführt. Es wird namentlich die Saccharisation bestimmt, am besten mit dem Refraktometer, die Alkalität (gegen Neutral-

rot oder Bromthymolblau), Invertzucker qualitativ oder quantitativ jodometrisch nach der Methode von Dr. Ofner und event. der Aschengehalt konduktometrisch.

Für die event. Ausführung der Polarisation klärt man bloß den I. Sirup mit 1 Tropfen bas. Bleiacetatlösung und filtriert nach Zusatz von Kieselgur. Man polarisiert durchwegs mit Benützung des Bichromat-Lichtfilters.

b) *Sirupe vom Preßwürfelmehl, von Kristallzucker, Pilé, von der Affination fremden Rohzuckers, von Sirupzucker und von der Nachprodukten-Affination.*

Probenahme: Das Durchschnittsmuster des Weiß- und Grünsirups kann aus den Behältern unterhalb der Zentrifugen nach Durchmischen des Inhaltes genommen werden.

Untersuchung: Es wird die Saccharisation und Alkalität, event. der Invertzuckergehalt in der beim Sirup von Broten und gegossenen Würfeln angegebenen Weise ausgeführt.

Muttersirup von Nachproduktfüllmassen.

Probenahme: Den ursprünglichen Muttersirup gewinnt man aus einer Probe von etwa 3 kg Füllmasse, die man dem Refrigeranten 6 Stunden nach dem Ablassen des Sudes entnommen hat. Die Füllmasse wird in einer vorher auf die ursprüngliche Temperatur der Füllmasse angewärmte Metallnutsche bei Verwendung eines feinen Zentrifugensiebes abgenutscht. Außerdem prüft man täglich die Sirupe der reisenden Nachproduktfüllmassen.

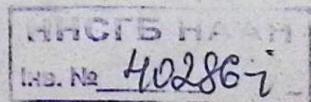
Untersuchung: Die Analyse wird wie bei den analogen Erzeugnissen der Rohzuckerfabrik ausgeführt.

Knochenkohle (Spodium) und Entfärbungskohlen.

Probenahme: Die Probe wird im Waggon von jedem zweiten liegenden Sacke mit dem Zucker-Probennehmer gezogen; nach dem Durchmischen werden Durchschnittsmuster in Gläser gefüllt. Gleichzeitig wähgt man vom ganzen Waggon etwa 5 Sack ab, der Inhalt wird dann durch ein feines Sieb gesiebt und durch Abwiegen und Umrechnung auf das ursprüngliche Gewicht wird der Prozentgehalt an *Staub fremde Beimengungen* ausgesucht (Nägel, Glas, Koks, Steinkohle), abgewogen und in Prozenten des ursprünglichen Gewichtes der nicht durchgesiebten Knochenkohle ausgedrückt.

Untersuchung: Im vorher abgewogenen Durchschnittsmuster bestimmt man den Kohlenstoff, den unlöslichen Anteil und den Wassergehalt. *Kohlenstoff* wird in 10 g des fein zermahlenen Musters, in dessen einem Teil gleichzeitig der Wassergehalt ermittelt wird, bestimmt. Nach dem Anmachen mit Wasser im Bechergläser zerstetzt man die Substanz mit 50 cm^3 konz. Salzsäure und nachdem die Schaumbildung aufgehört hat, erwärmt man anfänglich mäßig, später zum Sieden, in welchem die Flüssigkeit etwa $\frac{1}{2}$ Stunde erhalten wird. Die abgekühlte, mit Wasser verdünnte Lösung filtriert man durch ein bei 130°C getrocknetes und gewogenes Filter, nach dem Auswaschen, Trocknen und Wiegen bestimmt man dann den gesamten in der Säure unlöslichen Anteil (Kohlenstoff und fremde Beimengungen). Hierauf verbrennt man durch Glühen im Tiegel den Kohlenstoff, während der *unlösliche Rückstand* in Form von Asche abgewogen und in Prozenten des ursprünglichen Gewichtes zum Ausdruck gebracht wird. Den Kohlenstoff bestimmt man aus der Differenz und rechnet auf 100 Teile Trockensubstanz um.

Wassergehalt: Ein Teil der Probe wird grob zerkleinert; man trocknet davon 20 g in Aluminium- oder



Porzellanschälchen bei 135° C bis zum geringsten Gewicht. Der Gewichtsverlust wird in Prozenten ausgedrückt.

Als normales Spodium erachtet man frische Knochenkohle, deren Wassergehalt 8% beträgt und welche in der Treckensubstanz mindestens 8% Kohlenstoff enthält.

Wiederbelebtes Spodium aus dem Betrieb.

Probenahme: Jede Stunde nimmt der Arbeiter beim Abzischen des gegläuteten Spodiums etwa 1/4 kg Spodium in ein Blechgefäß. Einmal in zwölf Stunden prüft man in dem hergestellten Durchschnittsmuster auf kohlensaurem Kalk und auf organische Stoffe. Überdies bestimmt man einmal in der Woche auch den Gipsgehalt und den Gehalt an Calciumsulfid.

Kohlensauren Kalk bestimmt man im Scheiblerschen Apparate. Das Instrument wird vorher auf den Nullpunkt der Bürettenskala eingestellt. In ein trockenes, zu dem Apparate gehöriges Reagensfläschchen bringt man verlustlos 1·7 g (das zu dem Apparat beigegebene Gewicht) des pulverisierten Spodiums. Hierauf setzt man vorsichtig mittels Pinzette einen bis 2 mm unter den Rand mit einem aus 2 Teilen konz. Salzsäure und 1 Teil Kupferservitriollösung (zur Absorption von Schwefelwasserstoff) bestehenden Gemisch gefüllten Guttapercha-Zylinder ein. Man verschließt das Fläschchen mit einem mit Unschlitt eingesetzten Propfen und macht an dem Lufröhren die Klemme zu. Durch Neigen des Gefäßes wird der kleine Zylinder vorsichtig umgeworfen und das infolge der Kohlensaureentwicklung durch die Luft in das Ausgleichsrohr herausgedrückte Wasser wird vorsichtig abgelassen. Nach beendeter Reaktion beläßt man 10 Minuten in Ruhe, worauf die Flüssigkeitsoberfläche in beiden Röhren des Apparates ausgeglichen und dann erst der Stand in der kalibrierten Bürette wie auch die Temperatur abgelesen wird. Aus der Scheiblerschen Tabelle (Cukrovnický kalendář 1934, S. 46) ersicht man dann den Gehalt des untersuchten Spodiums an kohlensaurem Kalk. Eine andere entsprechende Tabelle (ebenda, S. 47) läßt die zur Wiederbelebung des Spodiums erforderliche Menge Salzsäure finden.

Organische Stoffe: 50 g der pulverisierten, bei 135° C getrockneten Knochenkohle werden in einer Porzellanschale mit 200 cm³ n/10-Natronlauge übergossen und der gesamte Inhalt gewogen; hierauf kocht man 1/2 Stunde, kühl ab, ergänzt durch Wasserzusatz auf das ursprüngliche Gewicht und filtriert nach gründlichem Durchmischen. Das Filtrat wird mit dem Stammerschen Kolorimeter oder dem Photokolorimeter von Šandera gemessen, wobei die festgestellte Farbe auf 100 g Trockenspodium umgerechnet wird.

Schwefelsaurer Kalk (Gips). 25 g pulverisierten Spodiums werden mit Wasser in einer Porzellanschale angerührt und mit 100 cm³ konz. Salzsäure versetzt; man erwärmt etwa 1/2 Stunde, kühl ab und spült in einen 25 cm³-Kolben über. Nach dem Auffüllen wird filtriert und in 200 cm³ des Filtrates die Schwefelsäure mit Bariumchlorid ausgefällt. Das Bariumsulfat rechnet man dann auf schwefelsauren Kalk um und berechnet dessen Menge in Prozenten.

Schwefelcalcium: Der Vorgang ist der gleiche wie bei der Sulfatbestimmung; vor dem Erwärmen mit Säure setzt man jedoch 0·5 g chlorsaures Kali oder etwas Bromwasser zur Oxydation des Sulfids in Sulfat zu. Durch Fällung mit Chlorbarium erhält man dann das Gesamtulfat, also das ursprüngliche Sulfat samt dem bei der Oxydation gebildeten, nach Abzug des ursprünglich ermittelten Sulfates von diesem Gesamtulfat ergibt sich ein Rest, der auf Schwefelcalcium umgerechnet und in Prozenten des Spodiums ausgedrückt wird.

Es wird das Studium neuer Methoden empfohlen,

die von dem Forschungsinstitut der čechoslovakischen Zuckerindustrie zur Kontrolle der Spodiumbeschaffenheit ausgearbeitet worden sind. Sie sind in den folgenden Berichten beschrieben: Ing. Dr. K. Šandera: „Laboratoriumsprüfung der mechanischen Eigenschaften des Spodiums“ und Ing. Dr. K. Šandera und Ing. Dr. A. Mirčev: „Versuche über die Bestimmung des Entfärbungsvermögens von Spodium“ (Z. Zukerind. Čsl. Rep. 57, 1932/33, 221; 58, 1933/34, 177).

Die Untersuchung von Abfallspodium erfolgt nach der in „Neumannův cukrovarnický kalendář“, S. 233 gebrachten Vorschrift. Es wird jedoch empfohlen, das Muster vor dem Aufschließen mit Säure auszuglühen.

Bei Analysen von Entfärbungskohlen wird empfohlen, nach der in der „Cukrovnická analytika“ von Sázavský-Šandera auf S. 286—291 angeführten Vorschrift zu verfahren.

Vorschrift für die Untersuchung von Kesselwasser.

(Zusammengestellt von Ing. V. Sázavský.)

Die Betriebsfahrungen, insbesondere soweit sie Hochdruckkessel von großer spezifischen Leistung betreffen, zeigen, daß es notwendig ist, im Kesselwasser eine bestimmte Alkalität, die sogenannte „Schutzalkalität“ einzuhalten, wenn die Kessel vor Korrosion bewahrt bleiben sollen. Da ein Überschuß an Soda, bzw. Lauge auch für eine vollkommene Enthärtung des Speisewassers geeignet ist, insofern nämlich Kesselspeisung mit Brunnen- oder Flußwasser in Betracht kommt, so setzt man bei der Enthärtung des Wassers einen solchen Überschuß an Chemikalien zu, daß die Schutzalkalität erreicht wird. Eine Schutzwirkung haben außer der Alkalität auch einige Anionen, z. B. das Sulfat- und Phosphat-Ion, nähere Bedingungen ihrer Wirkung sind jedoch bislang nicht genau erforscht.

Nach Splittergerber wird ein korrosionfreier Betrieb durch einen Gehalt des Kesselwasser an Natriumhydroxyd von 400 mg/l (d. i. 0·04%) oder von 1·85 g Na₂CO₃ (d. i. 0·185%) gesichert. Diese zwei Stoffe vermögen sich in dem angeführten Verhältnis gegenseitig zu vertreten, so daß ein Teil Soda 0·04/0·185 = 0·216 Teile NaOH vertreten kann. Rechnet man den gefundenen Soda-gehalt durch Multiplikation mit 0·216 auf diejenige NaOH-Menge um, welche, soweit es die Schutzwirkung betrifft, Soda zu vertreten vermag, und schlägt man dieses Ergebnis der gefundenen NaOH-Menge hiezu, erhält man die sogenannte Natronzahl (NZ). Diese Natronzahl soll 0·04% (oder in Milligrammen NaOH pro Liter ausgedrückt: 400 mg/l NaOH) betragen.

Beispiel: Das Wasser enthält 0·0286% NaOH und 0·1134% Na₂CO₃; die Natronzahl ist dann die folgende:

$$NZ = 0\cdot0286 + 0\cdot216 \times 0\cdot1134 = 0\cdot053\% \text{ NaOH.}$$

Selbst wenn wir dem Speisewasser lediglich Soda zusetzen, finden wir im Kesselwasser dennoch Lauge neben Soda, denn während des Siedens spaltet sich CO₂ aus der Soda ab und diese hydrolysiert sich zum Teil in NaOH. Deshalb muß man im Kesselwasser sowohl das NaOH als auch das Na₂CO₃ bestimmen. Hiezu eignet sich am besten die von Warder (siehe weiter unten) modifizierte Methode.

Außerdem muß man auch die Konzentration der Salze im Kesselwasser in Betracht ziehen. Durch Verdampfen von Wasser wird sie erhöht (falls das Speisewasser nicht ausschließlich aus rückstandsfreiem Kondensat besteht), der Salzgehalt im Kesselwasser steigt. Bei einer hohen Konzentration der Salze beginnt aber der Kessel zu schäumen und zu „spucken“, wodurch die Kessellauge in den Dampf gelangt und im Betrieb

Schwierigkeiten hervorruft. Um ein Übersteigen des Kessels zu verhindern, wird diese Konzentration in solchen Grenzen gehalten, daß ein Schäumen nicht eintreten kann. Man hat gefunden, daß man bei gewöhnlichen Kesseln anstandslos eine Konzentration der Salze bis zu 20 g/l, d. i. 2%, zulassen kann. Nur in besonderen Fällen wird man von Fall zu Fall diesen Wert mit einer niedrigeren Zahl zu bestimmen haben. Gewöhnlich wird im Kesselwasser der Abdampfrückstand nicht ermittelt, sondern man gibt sich mit der areometrischen Bestimmung zufrieden. Bei der Dichtebestimmung ist es allerdings nötig, das Wasser auf normale Temperatur abzukühlen. Die aus der oben angeführten Beobachtung hervorgehende zulässige Konzentration entspricht ungefähr der Dichte 1·014 (bezw. 3·6° Bg). Es ist nicht richtig, überflüssigerweise bei häufigerem Auswechseln des Kesselwassers eine niedrigere Salzkonzentration einzuhalten, da durch öfteren Kesselwasserwechsel große Wärmeverluste entstehen. Am sichersten und richtigsten ist kontinuierliches Entschlammen der Kessel. Diese Einrichtung ist besonders dort am Platze, wo das Kesselwasser zum Teil wieder in die Reiniger zurückgeführt wird. Bei genügend hoher Alkalität enthält das Kesselwasser praktisch keine Härte; eine Ausnahme bilden Wässer mit hohem Gehalt an organischen Salzen. Von diesen Gesichtspunkten aus muß auch die Kontrolle des Kesselwassers eingerichtet werden (näheres siehe V. Sázavský, Zt. Zuckerind. Čsl. Rep. 54, 1929/30, 65).

Probenahme. Wo eine kontinuierliche Entschlammung der Kessel eingeführt ist, erfolgt die Musterentnahme am richtigsten von der Entschlammungsleitung, respektive aus dem Expansionsgefäß. Sonst muß man die Probe aus dem Wasserstandsglas entnehmen. In diesem Falle muß das Wasserstandsglas unmittelbar vor der Probenahme gründlich durchblasen werden.

Wasseranalyse (nach Warder): 28 cm³ vorher abgekühlten und filtrierten Wassers werden mit n/10-Salzsäure unter Zusatz von 2 Tropfen Phenolphthaleinlösung titriert; die verbrauchten cm³ Säure geben direkt die Alkalität in Hundertsteln-% CaO an. Es sei diese Phenolphthaleinkalität mit f bezeichnet. Nach Beendigung der Titration auf Phenolphthalein setzen wir der titrierten Lösung einen Tropfen Methylorange zu und titrieren mit derselben Säure weiter. Die verbrauchten cm³ n/10-Säure geben direkt die Alkalität an, die wir mit m bezeichnen wollen. Die Gesamtkalität auf Methylorange ist dann $f + m$. Die Berechnung geschieht dann auf folgende Weise:

Beispiel: Bei der Titration auf Phenolphthalein wurden 5 cm³ verbraucht, zur Titration auf Methylorange 3 cm³, demnach zusammen 8 cm³ Säure. Est ist also $f = 0\cdot05$, $m = 0\cdot03$. Bei der Titration auf Phenolphthalein wird das Natriumhydroxyd vollständig neutralisiert, das Natriumcarbonat dann in Bicarbonat umgewandelt, so daß es bloß zur Hälfte neutralisiert wird. Beim weiteren Titrieren auf Methylorange wird auch die zweite Soda-Hälfte neutralisiert, denn das Bicarbonat wird in Chlorid umgesetzt. Es entspricht

demnach m der Hälfte der Soda oder die Alkalität 2 m dem ganzen Soda-Gehalt. Nachdem auf Phenolphthalein die ganze Lauge und eine Hälfte Soda (welche der Alkalität m entspricht) titriert wurde, wird die Alkalität der Lauge $f - m$ sein.

In unserem Falle:

$$\text{Laugenalkalität: } f - m = 0\cdot05 - 0\cdot03 = 0\cdot02.$$

$$\text{Sodaalkalität: } 2m = 2 \times 0\cdot03 = 0\cdot06.$$

Sowohl die Laugen- als auch die Sodaalkalität sind hier als CaO ausgedrückt. Will man den Gehalt an NaOH, resp. Na₂CO₃ wissen, muß man die oben angeführten Werte mit den Verhältnisfaktoren

$$\frac{2 \text{NaOH}}{\text{CaO}} \text{ und } \frac{\text{Na}_2\text{CO}_3}{\text{CaO}}$$

d. h. mit 1·43 und 1·89 multiplizieren. Das untersuchte Wasser enthält demnach

$$\text{NaOH: } 0\cdot02 \times 1\cdot43 = 0\cdot0286\%.$$

$$\text{Na}_2\text{CO}_3: 0\cdot06 \times 1\cdot89 = 0\cdot1134\%.$$

Aus diesen Daten errechnet man dann die Natronzahl NZ:

$$\text{NZ} = 0\cdot0286 + 0\cdot216 \times 0\cdot1134 = 0\cdot053\%.$$

Es ist allerdings nicht notwendig die in CaO ausgedrückte Alkalität auf NaOH und Na₂CO₃ umzurechnen, sondern man kann die Natronzahl direkt in CaO-Alkalität ausdrücken. Für diesen Wert sei die Bezeichnung *Natronalkalität*, NA, vorgeschlagen.

Man darf nicht außer Acht lassen, daß 400 mg/l, d. i. 0·04% NaOH einer Laugenalkalität von 0·028% CaO, 1850 mg/l, d. i. 0·185% Na₂CO₃ einer Sodaalkalität von 0·098% CaO entsprechen.

Da ferner 0·098% Sodaalkalität 0·028% Laugenalkalität vertreten kann, stellt sich das gegenseitige Verhältnis wie 0·028:0·098, also 0·286. Die Natronalkalität wird demnach wie folgt berechnet:

$$\text{NA} = (f - m) + 0\cdot286 \times 2m,$$

es ist also in dem oben angeführten Falle

$$\text{NA} = 0\cdot05 - 0\cdot03 + 0\cdot286 \times 2 \times 0\cdot03 = 0\cdot037.$$

Durch Multiplikation mit dem Faktor 1·43 wird die Natronalkalität auf die Natronzahl umgerechnet:

$$0\cdot037 \times 1\cdot43 = 0\cdot053 \text{ wie in dem obigen Falle.}$$

Die Natronalkalität soll 0·028, höchstens aber 0·140 betragen. Es empfiehlt sich die Natronalkalität möglichst bei der niedrigsten Grenze von 0·028 zu halten.

Salzgehalt: Das abgekühlte filtrierte Wasser aus dem Kessel wird mittels Areometers oder Saccharometers gespindelt. Die Dichte soll höchstens 1·014 betragen, was etwa 3·6° Bg entspricht. Bei besonders angestrengten Kesseln wird die Dichte zwischen 1·007 bis 1·010, resp. zwischen 1·8 bis 2·6° Bg gehalten.

EICHUNG DER MESSGEFÄSSE UND INSTRUMENTE.

Für die Eichung der Meßgeräte in Zuckersfabrikslaboreien wird ausschließlich der metrische Liter eingeführt, d. h. das Volumen von 1 kg Wasser bei 4° C (gewogen in der Lufteleere). Es ist daher notwendig alle Meßgefäß auf dieses System umzueichen.

Demzufolge wird das Normalgewicht: 26·026 g vorgeschrieben.

Anmerkung: Die früher in Anwendung gewesene Kalibrierung nach Mohr (17·5°/17·5°) ist nicht mehr zugelassen. Im Interesse der Verlässlichkeit der Analysen ist es unzulässig, in Laboratorien neben den

umkalibrierten metrischen Kolben auch noch nicht umkalibrierte Mohrsche Kolben zu verwenden. Namentlich muß vor der Beibehaltung des Normalgewichtes 26·048 g oder 26·00 g bei der metrischen Kalibrierung der Meßkolben gewarnt werden.

Für die Kalibrierung der Pyknometer wird ausschließlich das System Domke (20°/20°) eingeführt.

Beim Eichen hat man wie folgt vorzugehen:

A) Kolben: Der am besten durch mehrstündigiges Auslaugen mit einer Lösung von Kaliumbichromat, resp. Chromsäure in Schwefelsäure (bei fettgeworde-

nen Kolben empfiehlt sich die Ausspülung mit rauender Schwefelsäure, welche zu diesem Zweck mehrerermaßen verwendet werden kann) sorgfältig gereinigte Kolben wird getrocknet und tariert, und hierauf 99.717*) g (für den metrischen Liter) ausgekochtes, destilliertes Wasser hineingewogen; der Kolben wird verschlossen und in ein Wasserbad von der Temperatur 20° C eingesetzt und $\frac{1}{2}$ Stunde darin gelassen, worauf man auf dem Kolbenhals den unteren Meniskus markiert, was am besten durch Ankleben eines Streifens Papier erfolgt, wobei allerdings der Kolben auf einer horizontalen Fläche stehen muß.

Dem Kolbenhals gibt man nun einen Überzug aus vorher erhitztem Wachs und mittels einer scharfen Nadel zeichnet man die Marke ein. Man bestreicht nun mit konz. Fluorwasserstoffsaure (am besten durch Anlegen eines in Fluorwasserstoffsaure eingetunkenen Leinwandfleckchens. Man muß dabei das Fleckchen mit einer Pinzette anfassen, weil die Fluorwasserstoffsaure auf die Haut stark ätzende Wirkung ausübt), nach 2—3 Minuten spült man diese ab, beseitigt auf mechanischem Wege den Wachsüberzug und wäscht mit Benzol oder Benzin den Kolben rein.

Zum Eichen von Kolben kann auch der von Karl Urban konstruierte Apparat (B. Z. 1911/12, 17) verwendet werden.

B) Büretten, Pipetten und automatische Pipetten: Diese werden durch Abmessen von Wasser entsprechender Temperatur (20° C) in ein mit eingeschliffenem Stöpsel versehenes Fläschchen und Abwiegen dieses Wassers kontrolliert; die Auswage muß durch 0.9972 dividiert werden. Oder was bequemer ist, man mißt in sorgfältig geeichte Kolben beispielsweise den vierfachen Inhalt einer 25 cm³-Pipette ein und es muß die Flüssigkeit genau zur Marke des 100 cm³-Kolbens reichen.

C) Pyknometer: Für die Eichung der Pyknometer wird das System Domke (20°/20°) vorgeschrieben, die entsprechende Tabelle ist im Cukrovarnický kalendář (Ausgabe 1934, 22-29.) veröffentlicht.

Das sorgfältig gereinigte Pyknometer wird einerseits leer gewogen (am besten, wenn man hiezu eine entsprechende Tara anfertigt) und dann in mit frisch ausgekochtem destillierten Wasser gefüllt, auf 20° C temperiert, der Stöpsel eingesetzt, das Pyknometer abgewischt und wieder gewogen). Aus der Differenz der beiden Gewichte wird der Wasserwert des Pyknometers bestimmt. (1 g Wasser entspricht 1 cm³ 20°/20°).

Die Adjustierung nach Kovář: Um die unbedeutende Berechnung der Dichte zu umgehen, werden die Pyknometer (deren Wasserwert nur ganz wenig von 100 abweicht) wie folgt adjustiert: Ist der Wasserwert des Pyknometers größer als 100 (z. B. 100.12), vergrößert man seine Tara um den durch Multiplikation des Überschusses über 100 (d. i. in unserem Falle 100.12 — 100 = 0.12) mit der mittleren Dichte des analysierten Produktes errechneten Wert (beim Dünnensaft 1.06, beim Dicksaft 1.28, bei Melasse 1.4). Will man daher das gegebene Pyknometer für Dünnensaft verwenden, vergrößert man seine Tara um $0.12 \times 1.05 = 0.127$ g; beim Dicksaftyknometer setzt man zu der Tara $0.12 \times 1.28 = 0.154$ g zu und event. bei dem Melassepyknometer $0.12 \times 1.4 = 0.168$ g. Hiedurch haben wir das Pyknometer so adjustiert, daß das Gewicht, mit dem das Pyknometer (bei Anwendung der korrigierten Tara) ausgewogen wird, mit genügender Genauigkeit 100 cm³ der untersuchten Flüssigkeit entspricht und daher direkt ihre Dichte angibt (z. B. das Gewicht des Pyknometers samt Melasse besteht 1. aus der korrigierten Tara und 2. aus 142.568 g; die Melassedichte beträgt 1.42568).

*) Für den 100 cm³-Kolben, resp. Multipla oder Bruchteile für Kolben anderen Inhaltes.

Ist der Wasserwert des Pyknometers kleiner als 100, so muß man seine Tara um die in oben angeführter Weise berechnete Korrektur verringern.

Anmerkung: Das Spezialgewicht Kovář-Frič wurde bloß für die Kalibration nach Mohr 17.5°/17.5° konstruiert; um es auch bei den nach Domke adjustierten Pyknometern verwenden zu können, muß man die Tara des Pyknometers für Dünnensaft um 0.026 g und die Tara des Pyknometers für Melasse um 0.116 g verringern.

Begründung: 100 Mohrsche cm³ (17.5°/17.5°) Dünnensaft von 16° Bg wiegen 106.566 g, während 100 cm³ nach Domke (20°/20°) desselben Saftes 106.54 g wiegen, demnach um 0.026 g weniger.

Bei Melasse von 80° Bg sind die betreffenden Werte 141.586 g und 141.47 g, Differenz 0.116 g. Hiedurch ist natürlich das Pyknometer ausschließlich für das Kovář-Gewicht adjustiert, so daß gewöhnliches Gewicht für dieses Pyknometer nicht benutzt werden kann.

Die der ermittelten Dichte entsprechende Saccharisation findet man bezüglich der nach Domke (20°/20°) geeichten Pyknometer in der Tabelle Domke's (Cukrovarnický kalendář, Ausgabe 1934, S. 4—7, die Tabelle für die Temperaturkorrektur ebendorf auf S. 13 und 14).

D) Saccharometer: Man bereitet sich einige passende Lösungen von reinster Raffinade und bestimmt deren Polarisation. Für ein Saccharometer von 5—17° Bg wählen wir beispielsweise Lösungen von 5—9 und 12—17%. Mit dieser Flüssigkeit füllt man den zum Spindeln verwendeten Zylinder bis zum Rande auf, senkt vor sichtig die sorgfältig gereinigte*) Saccharometerspindel so ein, daß sie einige Zehntel tiefer ein-taucht als der Dichte entspricht; hierauf neigt man den Spindelhals seitwärts und streicht mit einem reinen Glasstäbe über die Flüssigkeitsfläche; erst dann erfolgt die Ablesung des Instrumentes. Der Versuch wird dreimal wiederholt: einmal bei niedrigerer Temperatur, ein zweitesmal bei der Temperatur, für welche das Instrument geeicht sein soll und drittens bei höherer Temperatur, worauf nach einer Berichtigungsskala die Spindel korrigiert wird. Event. Abweichungen werden auf der Hülse des Instrumentes verzeichnet.

E) Refraktometer: Die Refraktometerskala kontrolliert man mit Raffinadösungen bekannter Konzentration, z. B. 10%ig, 20%ig, 30%ig usw. Vor der Prüfung empfiehlt sich die Prismenflächen des Refraktometers mit Seife (zwecks Beseitigung von Fett) abzuwaschen und auch den Nullpunkt (indem man statt der Zuckerlösung Wasser zwischen die Prismenflächen bringt) zu kontrollieren; die Messung muß bei der Normaltemperatur des Instrumentes (gewöhnlich 20° C) vorgenommen werden.

F) Polarimeter: Apparate mit Elfenbeinskala sind nicht zulässig. Die Richtigkeit der Skala kontrolliert man mit Normal-Quarzplatten. Die Platten müssen in ihrer Fassung lose eingesetzt sein: eingekittete Platten liefern infolge ungleichmäßiger Spannung unrichtige Ergebnisse.

G) Konduktometer nach Dr. Šandera:

Die Eichung der Instrumente bzw. das zeitweise Nach-eichen für elektrischen Strom bestimmter Spannung und Periodenzahl oder beim Benützen von Gleichstrom statt Wechselstroms, kann leicht mit einer Lösung von bestimmter Leitfähigkeit erfolgen. Es empfiehlt sich 0.02 n. und 0.01 n. KCl von spezifischer Leitfähigkeit 0.00244 resp. 0.00128 Ohm⁻¹, welche Lösung durch Einwiegen von 1.4910 g resp. 0.7455 g KCl (ch. r., „pro analysi“) in 1 Liter bereitet wird.

*) Das Instrument wird durch Abwaschen mit einem eingeseiften Klötzchen gereinigt, mit Wasser abgespült und mit reiner Leinwand trockengewischt.

Die betreffende Lösung wird in das Elektrodengefäß gebracht und die Wärmekorrektion vorgenommen. Bei der Leitfähigkeitbestimmung soll das Instrument 1-58 resp. .81 Skalenteilchen anzeigen (oder den Wert, welchen wir uns vorher als den geeigneteren für die Beziehung Asche : Leitfähigkeit für bestimmte Verhältnisse ermittelt haben. Zeigt das Instrument bei der Wiederholung der Messung eine über ein Teilchen hinausgehende Abweichung, werden die Elektro-

den in die gewünschte Lage gerichtet und der Reiter des Korrektionswiderstandes (Rk) wird nach rechts oder links verschoben, so daß beim Einschalten des Stromes das Gleichgewicht erreicht wird.*)

Es wird aufmerksam gemacht, daß das Forschungs-institut der čsl. Zuckerindustrie in Prag die Überprüfung der Kolorimeter, Polarimeter, Polarisationsröhren, Gewichte usw. für die čsl. Zuckersfabriken kosten-los ausführt.

VERZEICHNIS DER IN ZUCKERFABRIKSLABORATORIEN NOTWENDIGEN APPARATE, GERÄTE UND VORRICHTUNGEN.

Apparate:

- 1 Apotheker-Tarawage für 500 g Belastung, Empfindlichkeit 10 mg, Tragfähigkeit 2 kg.
- 1 Gewichtssatz bis 1 kg.
- 1 analytische Wage von 200 g Tragfähigkeit, Empfindlichkeit 0,2 mg.
- 1 analytischer Gewichtssatz bis 100 g.
- 1 Kaufmannswage und [grober] Gewichtssatz bis 5 kg
- 1 Dezimalwage bis 50 kg samt Gewichtssatz.
- 2 Gewichtssätze mit halbnormalem, einfachnormalem u. doppelnormalem Gewicht (13,013 g, 26,026 g und 52,052 g); mit einem Gewichtssatz wird gearbeitet, der andere dient zur zeitweisen Kontrolle des Arbeitsgewichtes.
- 1 Polarimeter, 400 mm (es wird der Frič-Apparat mit Glasskala empfohlen).
- 1 Petroleumlampe „Triplex“ oder Gaslampe (Invertbrenner), am besten elektrische Lampe (Halbwattlampe zu 100 Kerzen mit Mattbirne); (mit Vorteil verwendet man Glühlampen für eine um etwa 10 Volt niedrigere Spannung als die des Netzzstromes ist. Der Schalter ist zur Hand des Beobachters anzubringen und der Strom nach jeder Beobachtung sofort auszuschalten).
- 1 Küvette für Bichromatlösung (Gefäß mit geschliffenen Parallelwänden. Es wird die Küvette der Firma J. & J. Frič, Prag, empfohlen).
- 1 Quarzplatte von der Drehung von etwa 95° V, lose eingesetzt.
- 1 Quarzplatte von der Drehung von etwa 20° V, lose eingesetzt.
- 1 Quarzplatte von der Drehung von etwa —10° V, lose eingesetzt.
- 1 Polarisationsröhre 100 mm.
- 3 Polarisationsröhren 200 mm.
- 2 Polarisationsröhren 400 mm.
- 1 Pelletsche Röhre 200 mm.
- 1 Landolt-sche Röhre 200 mm.
- 1 Landolt-sche Röhre 400 mm.
- 1 Zuckerrefraktometer Goerz.
- 1 Konduktometer nach Dr. Šandera.
- 1 Hilfs-Meßelektrode zur Aschenbestimmung in Raf-finaden.
- 1 Garnitur zur Bestimmung der Affinierbarkeit von Rohzuckern nach Šandera-Dolinek (siehe diese Zeitschrift 55, 1930/31, 423 und 471).
- 1 Stammersches Farbmäß.
- 1 Photokolorimeter nach Dr. Šandera.
- 1 Mikroskop samt Zubehör.
- 1 kalorimetrische Vorrichtung (Bombenkolorimeter mit Zubehör).
- 1 Rechenschieber.

*) Bei Verwendung von Gleichstrom anstatt Wechselstrom ist der konstante Vergleichswiderstand kleiner um die Selbstinduktion, die sich beim Wechselstrom geltend macht und den Widerstand der gewundenen Rheostaten erhöht.

Metallmaschinen und Steingutgeräte:

- 1 Rübenreibe von Staněk für Handbetrieb, event. Maschinenbetrieb.
 - 1 grobes Reibeisen für Rübe mit Öffnungen von ungefähr 5 mm.
 - 1 Herles-Presse.
 - 1 Rübensaftpresse.
 - 1 Urbans Probenehmer für Rübenschneide.
 - 1 Fleischhackmaschine „Ideal“ Nr. 22, „Max“, „Keystone“ oder „Rekord“ für frische Schnitzel.
 - 1 Fleischhackmaschine „Ideal“ Nr. 22, „Max“, „Keystone“ oder „Rekord“ für ausgelaugte Schnitzel, rot angestrichen.
 - 1 Ansatzpresse „Kosmos“.
 - 1 Blechtasse (etwa $\frac{3}{4}$ m²).
 - 1 Blechtafel (etwa $\frac{3}{4}$ m²), rot angestrichen.
 - 8 emaillierte Blechschalen mit Deckel, etwa $\frac{3}{4}$ Liter, für Rübenbreiproben.
 - 2 Gefäße in der Art der Milchkannen zu etwa 6 Litern für Proben von frischen Schnitzeln.
 - 2 Gefäße in der Art der Milchkannen zu etwa 6 Litern, für Proben von ausgelaugten Schnitzeln, mit grobgelöchertem Boden (diese Gefäße wie auch ihre Deckel sind zur Unterscheidung von den ersterwähnten rot anzustreichen).
 - 2 Tongefäße oder emaillierte Blechgefäß (Weidlinge) zu etwa 10 Litern für das Durchmischen des Rübenbreies.
 - 10 Digestions-Blechgefäß auf ein gemeinsames Gewicht (Tara) austariert.
 - 1 Blechgefäß für Diffusionsablaufwasser.
 - 2 Saftentlüftungsapparate; entweder ein mit einer Metallscheibe, die mit Gummi abgedichtet und mittels eines Metallrohres oder starkwandigen Gummischlauches mit dem Vakuum verbundener Apparat, oder ein Scheidetrichter von etwa 1 Liter Inhalt, mit Gummistöpsel und mit entsprechendem Kautschukschlauch.
 - 1 Gefäß in der Art der Milchkannen zu etwa 6 Litern, für Proben von Saturationsschlamm.
 - 1 Blechtafel zur Durchmischung der Saturationsschlammprobe.
- Apparat zur Untersuchung großer Muster von Saturationsschlamm nach Staněk (siehe diese Zeitschrift 57, 1932/33, 145).
- Eine Zange zur informativen refraktometrischen Kontrolle des Zuckergehaltes im Saturationsschlamm nach Staněk-Šandera (siehe diese Zeitschrift 56, 1932-33, 145).
- 1 Musterzieher für Rohzucker.
- Die Einrichtung für die Zubereitung von Rohzucker-Handelsmustern, bestehend aus:
- 1 kreisrunden Steingut- oder Blechschüssel (z. B. Waschschüssel).
 - 1 Messingdrahtnetz von 4—5 mm Maschenweite und 1 mm Drahtstärke.
 - 1 Holzlöffel.
 - 4 Schalen zu etwa 2 Litern aus Eisenblech, emailliert, für Rohzuckerproben.

- 1 Zentrifuge für Schleuderversuche.
- 1 Nutsche zum Absaugen des Muttersirups von den Füllmassen.
- 2 Entschäumungsgefäß nach K. Urban, oder
- 2 Trichter mit Dampfbeheizung.
- 1 Korkbohrer und Stöpselquetsche.
Vakuumleitung entweder vom IV. Verdampfkörper oder, was vorteilhafter ist, vom barometrischen Kondensator.

Heizvorrichtungen:

- 1 Muffelofen mit Nickelboden, beheizt entweder mit einem Gasbrenner oder einem Barthel-Spiritusbrenner, oder elektrische Muffel.
- 1 Dampf- oder Glycerintrockenschrank.
- 1 rundes Wasserbad für 4 Digestionskolben, mit Thermometer bis 100° C, für Gas-, Dampf- oder Petroleumbrenner-Beheizung, z. B. „Primus“.
- 1 Kühlbad aus Blech mit entsprechender Brücke, Dimensionen 50 × 25 cm, für Kaltwasserstrom eingerichtet, für das Abkühlen der Digestionskolben.
- 1 Wasserbad.
- 3 Bunsen-Brenner.
- 1 Barthel-Spiritusbrenner.
- 2 kleine Spiritusbrenner.
- 1 Gebläse.
- 1 Stanék-Kreidl's Laboratoriums-Gaserzeugungsapparat.
- 2 elektrische Anwärmvorrichtungen.

Gestelle:

- 2 Universalgestelle nach Bunsen.
- 2 Filtergestelle mit 2 Filterringen.
- 2 Gestelle für Glühen und Kochen.
- 2 Pipettengestelle.
- 2 Eprouvettengestelle.

Thermometer und Aräometer, Meßgefäß:

- 4 Thermometer bis 100° C, geprüft.
- 1 Normalthermometer, 0—100° C, in Zehntelgrade geteilt, geprüft.
- 10 grobe Thermometer 0—100° C, in ganze Grade geteilt.
- 2 Kleinkugelthermometer von 10—30° C, in Zehntelgrade geteilt, geprüft.
- 2 Sätze Saccharometerspindeln 0—6, 5—17, 15—26, 20—35, 35—75.
- 3 Kovář-Pyknometer für Dünnsaft, eingeschliffen.
- 5 Kovář-Pyknometer für Dicksaft, eingeschliffen.
- 5 Kovář-Pyknometer für Melasse.
- 1 Kovář-Gewichtssatz für Säfte.
- 1 Kovář-Gewichtssatz für Melassen.
- 2 Pipetten je 5 cm³
- 5 Pipetten „ 10 „
- 5 Pipetten „ 25 „
- 2 Pipetten „ 28 „
- 5 Pipetten „ 50 „
- 2 Pipetten „ 76·85 „
- 2 Pipetten „ 100 „
- 1 automatische Pipette für 356·35 cm³ mit Vorratsflasche von etwa 15 Litern, samt Gestell oder Konsole und Kautschukschläuchen.
- 2 Zuflußbüretten mit Vorratsflaschen für Herles-Lösungen.
- 1 Zuflußbürette mit Vorratsflasche für basisches Bleiacetat.
- 1 Zuflußbürette mit Vorratsflasche für $\frac{1}{10}$ n-Säure.
- 1 Zuflußbürette mit Vorratsflasche für $\frac{1}{10}$ n-Lauge.
- 1 Zuflußbürette mit Vorratsflasche für Clarksche Seifenlösung.
- 2 Büretten mit eingeschliffenem Hahn.
- 5 Alkalimeter nach Kappus.

- 5 Meßkolben nach Kohlrausch je 50 cm³
- 20 Meßkolben nach Kohlrausch „ 100 „
- 10 Meßkolben nach Kohlrausch „ 100—110 cm³
- 20 Meßkolben nach Kohlrausch „ 200 cm³
- 10 Meßkolben nach Kohlrausch „ 400 „
- 10 Meßkolben nach Kohlrausch „ 403 „
- 5 Meßkolben mit eingeschliffenem Stöpsel, 200 cm³.
- 5 Meßkolben mit eingeschliffenem Stöpsel, 500 cm³.
- 5 Meßkolben mit eingeschliffenem Stöpsel, 1000 cm³.
- 2 Meßkolben mit eingeschliffenem Stöpsel, 2000 cm³.
- 6 Metallmeßzylinder, am besten aus Messing, für 10 cm³.
- 3 Metallmeßzylinder, am besten aus Messing, für 28 cm³.
- 3 Metallmeßzylinder, am besten aus Messing, für 56 cm³.
- 2 Metallmeßzylinder, am besten aus Messing, für 100 cm³.
- 2 Metallmeßzylinder, am besten aus Messing, für 300 cm³.
- 5 graduierte Meßzylinder für 100 cm³.
- 2 graduierte Meßzylinder für 250 cm³.
- 2 graduierte Meßzylinder für 500 cm³.
- 2 graduierte Meßzylinder für 1000 cm³.
- 1 graduierteter Meßzylinder mit eingeschliffenem Stöpsel, für 1000 cm³.
- 2 graduierte Meßzylinder mit eingeschliffenem Stöpsel, für 2000 cm³.
- 6 graduierte Gasbüretten (Eudiometer) für Saturationsgasanalysen.

Glas und Porzellan:

- 1 Wasserstrahlluftpumpe.
- 3 Exsikkatoren.
- 1 Kipp-Apparat.
- 2 Wasserspritzflaschen zu etwa 1 Liter.
- 1 Alkoholspritzflasche zu etwa $\frac{1}{2}$ Liter.
- 10 Glaszyliner für Saccharisationsspindeln.
- 20 Filterzyliner mit Filterringen.
- 20 Filtergefäße mit Trichtern u. Glasplatten laut Vorschlag des Forschungsinstituts der čsl. Zuckerindustrie, oder Filterringe nach Weiss mit Glasplatten (d. Z. 50, 1926/27, 519).
- 2 Saugkolben, etwa $\frac{1}{4}$ Liter, mit Gummistöpsel und einem mit Gummischlauch zur Aufnahme von Goochtiegeln versehenen Trichterchen.
- 1 Büchnerscher Saugtrichter aus Porzellan, Durchmesser 6 cm.
- 1 Büchnerscher Saugtrichter aus Porzellan, Durchmesser 10 cm.
- 1 Büchnerscher Saugtrichter aus Porzellan, Durchmesser 15 cm.
- 2 Wittesche Filtrierplättchen aus Porzellan, Durchmesser 10 mm.
- 2 Wittesche Filtrierplättchen aus Porzellan, Durchmesser 20 mm.
- 2 Wittesche Filtrierplättchen aus Porzellan, Durchmesser 30 mm.
- 2 Wittesche Filtrierplättchen aus Porzellan, Durchmesser 40 mm.
- 5 Wägefläschchen.
- 10 Trichter.
- 2 Kühler.
- 15 Uhrgläser.
- 5 Satz Bechergläser Nr. 1—5.
- 1 Satz Bechergläser Nr. 1—10.
- 15 Rundkolben 250—1000 cm³.
- 10 Erlenmeyerkolben 300 cm³.
- 5 Erlenmeyerkolben 500 cm³.
- 2 Erlenmeyerkolben 1000 cm³.
- 20 Pulvergläser für Reagenzien, etwa 200 cm³.
- 15 Pulvergläser für Reagenzien, etwa 500 cm³.
- 30 Gläser für pulverige und feste Substanzen, etwa für 500 cm³.

- 8 starkwandige Flaschen zu 1 Liter, mit Stöpseln.
5 starkwandige 5-Liter-Flaschen für Saftproben (Diffusionssaft, I. und II. Saturationssaft, Dünnsaft, Dicksaft).
3 weithalsige Gläser, 300 cm³ mit Kautschukstöpsel, mit 3 Metallkettchen von etwa 20 cm Länge und mit Tara versehen.
6 Tropfflächchen für Phenolphthaleinlösung.
1 Tropfflächchen, braun, für Alfanaphtollösung.
1 Tropfflächchen für konzentrierte Schwefelsäure.
3 Porzellanreisochalen mit Stößel.
10 Porzellanabdampfschalen.
10 flache Porzellanschalen zur Titration.
5 Goochtiegel, 15 mm Bodendurchmesser.

Sonstige Gebrauchsgegenstände für Laboratorien:

- 1 Platinschale mit Spatel, eventuell

ZU ZUCKERFABRIKSANALYSEN BENÖTIGTE LÖSUNGEN.

Neutrales Bleiacetat: Abgewogene 350 g Bleiacetat werden in destilliertem Wasser gelöst und auf 1 Liter aufgefüllt.

Basisches Bleiacetat: Abgewogene drei Teile Bleiacetat, ein Teil Bleiglätté (kohlensäurefrei) und $\frac{1}{2}$ Teil Wasser werden auf dem Wasserbade erwärmt, bis die rote Farbe der Bleiglätté verschwindet; nach dem Abkühlen setzt man $9\frac{1}{2}$ Teile Wasser zu, mischt durch, und läßt stehen. Die erhaltene Lösung soll ein spezifisches Gewicht von 1.235 bis 1.240 aufweisen.

Bemerkung: Da manche verkaufliche Bleiglätté einen bedeutenden Anteil von in neutralem Bleiacetat unlöslichem enthält, entsteht basisches Bleiacetat von geringerer Basicität als vorgeschrieben ist, was bei einigen Analysen einen ungünstigen Einfluß haben kann. Man muß deshalb das Klärmittel einer Untersuchung unterwerfen.

Basisches Bleiacetat (Bleissig), welches bei der Analyse von Zuckerfabrikprodukten, namentlich von Melasse, Verwendung findet, soll die folgende vorgeschriebene Zusammensetzung aufweisen: Dichte 1.235 bis 1.240; von dem anwesenden Gesamtblei sollen 70% ($\pm 1\%$) des an Essigsäure gebundenen Bleies in Form von neutralem Bleiacetat und 30% ($\pm 1\%$) basisches Blei (in Form von Essigsäure nicht gebundenem PbO) vorhanden sein. Die Kontrolle der Zusammensetzung wird nach einer der in der Zt. Zuckerind. Csl. Rep. 52, 1927/28, 644 beschriebenen Methoden ausgeführt.

Trockenes pulveriges basisches Bleiacetat für Rohzuckeranalysen muß geprüft und mit dem Zertifikat des Forschungsinstituts der csl. Zuckerindustrie in Prag versehen sein. Da trockenes basisches Bleiacetat — gleich wie seine Lösung — Kohlensäure aus der Luft absorbiert und auch etwas Feuchtigkeit anzieht, muß man es in gut verschlossenen, wenn möglich kleineren Gläsern von 100 bis 250 g Inhalt aufbewahren.

Basisches Bleinitrat: Herlessches Klärmittel: 340 g Bleinitrat werden in destilliertem Wasser gelöst, in einen Liter-Kolben gespült und zur Marke aufgefüllt. Gesondert werden 32 g Natriumhydroxyd (in Stangen) gelöst, in den Liter-Kolben gespült und zur Marke ergänzt. Zur Klärung verwendet man für das Normalgewicht Melasse je 20 cm³ der beiden Klärlösungen.

Anmerkung: Die nach der früheren Vorschrift bereiteten Lösungen lieferten ein Gemisch von zu starker Basicität, so daß man beim Klären stark alkalischer Melassen zu niedrige Polarisationen erhalten mußte (siehe Dr. Ofner, Zt. Zuckerind. Csl. Rep. 51, 1926/27, 539). Auch ist das Bleinitrat der Vorratslösung häufig auskristallisiert.

Das Bleinitrat für das Herlessche Klärmittel muß frei sein von unlöslichem Anteile.

- 10 Quarzschalen, oder
10 Hartporzellanschalen, Marke Rosenthal.
1 Platintiegel.
6 Aluminium-Trocknungsschälchen mit eingesunkenem Deckel, Durchmesser 6—7 cm, 2 cm hoch.
10 Argentan-Wägeschiffchen mit gemeinsamer Tara.
1 Tiegelzange aus Nickel.
5 Nickel- oder Hornlöffel.
10 Tondreiecke.
10 Drahtnetze.

Bechergläser, Kolben, Uhrgläser, Reibschalen und Verdampfungschen, Glasröhrchen und Glasstäbe, Kautschukschläuche, Stöpsel, Dreiecke usw.

Einheimische und fremdsprachige Fachliteratur (ein Verzeichnis ist im Cukrovárníký kalendář veröffentlicht).

Ofners Lösung für qualitativen Nachweis von Invertzucker im Rohzucker,

Herstellung des Reagens: 190 g Kaliumbicarbonat und 135 g Kaliumcarbonat werden in 700 cm³ destillierten Wassers von 50—60° C gelöst und mit 9 g in etwa 100 cm³ Wasser aufgelöstem kristallisiertem Kupfersulfat versetzt, durchgeschüttelt und nach dem Abkühlen zu 1 Liter mit destilliertem Wasser aufgefüllt.

Lösungen für die quantitative Invertzuckerbestimmung nach Dr. Ofner:

Kupferlösung:

5.0 g ch. r. krist. Kupfersulfat, 10.0 g wasserfreies ch. r. Natriumcarbonat, 300 g krist. Seignettesalz (gestoßen) und 50 g krist. sekundäres Natriumfosfat werden in einem Literkolben in destilliertem Wasser gelöst (etwa 100 cm³ unter die Marke) und zwar zum größten Teil in der Kälte, worauf nötigenfalls das Auflösen durch Erwärmen auf dem Wasserbad beendet wird. (Das Erwärmen auf dem Wasserbad möge etwa zwei Stunden dauern zwecks Vernichtung der Sporen des auf älteren Kristallen von Kupfersulfat auftretenden Pilzes. Die Entwicklung dieses Pilzes verursacht eine kleine Ausscheidung in Form kleiner roter Kupferkristallchen. Ebenso entsteht diese geringe rote Ausscheidung infolge schwacher Entwicklung des Pilzes in älteren Lösungen, so daß eine derartige Lösung vor der Benützung filtriert werden muß. Eine Zersetzung event. Selbstreduktion der Lösung findet nicht statt.)

Nach dem Abkühlen wird zur Marke ergänzt, Aktivkohle oder Kieselgur zugesetzt, durchgeschüttelt und filtriert. Die Lösung wird am besten in einer dunklen Flasche mit Glas- oder Gummistöpsel aufbewahrt.

Das zur Bereitung der Ofnerschen Lösung verwendete *Kupfersulfat* darf nicht durch Eisenverbindungen verunreinigt sein und wird die Anwesenheit derselben wie folgt nachgewiesen: Etwa 5 g Kupfervitriol werden in Wasser gelöst, mit einigen Tropfen konzentrierter Salpetersäure versetzt und aufgekocht. Nach dem Abkühlen übersättigt man die Lösung mit Ammoniak, bis sämtliches Kupfer in lasurblaue Lösung überführt wurde, hierauf wird über ein Papierfilter filtriert und mit verdünntem Ammoniak ausgewaschen. Das Eisen wird auf dem Filter in Form von Eisenoxyhydrat zurückgehalten. In diesem Falle muß das Präparat, am besten unter Zusatz von Salzsäure, umkristallisiert werden (Siehe Zt. Zuckerind. Csl. Rep. 49, 1924/25, 252.).

Hilfslösungen.

Lösung von Natriumthiosulfat:

4·00 g ch. r. krist. Natriumthiosulfat werden auf 500 cm³ (das ist eine 0·0323-normale Lösung) gelöst. Es empfiehlt sich jedoch eine fünfmal stärkere Vorratslösung durch Auflösen von 20·0 g Natriumthiosulfat in einem 500-cm³-Kolben zu bereiten; zwecks besserer Haltbarkeit wird vor dem Auffüllen 1 cm³ Normallauge oder 0·1 g Na₂CO₃ zugesetzt.

Von dieser Lösung wird dann im Bedarfsfalle eine 0·0323-normale Lösung in der Weise hergestellt, daß genau 100 cm³ der (fünfmal stärkeren) Vorratslösung in einem 500-cm³-Kolben mit destilliertem Wasser zur Marke aufgefüllt werden. Der Titer dieser Lösung wird entweder nach einer der üblichen Methoden oder zweckmäßig mit der folgenden äquivalenten Jodlösung ermittelt.

Jodlösung:

2·05 g ch. r. Jod wird mittels etwa 10 g ch. r. Kaliumjodid (jodatsfrei) in einigen Kubikzentimetern destillierten Wassers im 500-cm³-Kolben gelöst, zur Marke aufgefüllt und geschüttelt. Die Lösung wird in einer dunklen Flasche mit eingeschliffenem Glasstopfen aufbewahrt.

(Von einem eventuellen Gehalt an Jodat überzeugt man sich in benütztem Jodkalium in folgender Weise: 5 g Jodkalium werden in destilliertem Wasser gelöst, mit 10 cm³ etwa 2-n-Salzsäure und einigen Kubikzentimetern Stärkelösung versetzt. Eintretende Blaufärbung weist auf die Anwesenheit von Jodat hin. In diesem Falle wird der Verbrauch an Thiosulfatlösung ermittelt und bei der Bereitung der Jodlösung darauf gehörig Rücksicht genommen.)

½%ige Stärkelösung:

2·5 g lösliche Stärke und etwa 10 mg Quecksilberjodid werden in wenig Wasser verrieben. Das Gemisch bringt man in etwa ½ Liter kochendes Wasser (nach Entfernung der Flamme) und röhrt mit einem Glasstab um.

Annähernd normale Salzsäure:

98 g oder 82·2 cm³ konz. Salzsäure (1·19) werden mit destilliertem Wasser auf einen Liter verdünnt.

Natriumfosfatlösung (zur Entbleiung):

100 g krist. sekundäres Natriumfosfat (Na₂HPO₄ · 12 H₂O) werden zu einem Liter gelöst.

Lösungen für den Orsat-Apparat (nach Treadwell):

1. 1 Teil Ätzkali löst man in 2 Teilen Wasser.
2. Ein Raumteil 22%iger wässriger Pyrogallollösung wird mit 5—6 Raumteilen konzentrierter Kalilauge (3:2) vermischt.

3. 20 g verkäufliches Kupferchlorür (Cu₂Cl₃) werden in einer geschlossenen Flasche mit einer Lösung von 25 g Chlorammon in 75 cm³ Wasser geschüttelt, hierauf wird ein Drittel des Volumens Ammoniak (sp. G. = 0·910) zugegossen. Um die Lösung zu konservieren, legt man in die Flasche eine bis zum Stöpsel reichende Kupferspirale ein.

Die zur Rendementbestimmung von Rohzucker benützte *konzentrierte Schwefelsäure* muß von jeglichen Aschenbestandteilen frei sein, wovon wir uns durch Abrauchen einer bestimmten Menge Säure in einer Platin- oder Porzellanschale und durch Auswägen des Rückstandes überzeugen. Bei der Alfanaphtholprobe darf diese Säure an sich keine positive Reaktion geben, wovon man sich durch einen Blindversuch überzeugt.

Indikatorlösungen:

Phenolphthalein: Man bereitet eine Lösung von 1 g Phenolphthalein in einem Gemisch von 100 cm³ Alkohol u. 50 cm³ Wasser, neutralisiert das Gemisch u. ergänzt mit neutralem destilliertem Wasser auf 200 cm³.

Methylrot: 0·1 g pulversförmiges Methylrot wird mit 3 cm³ 0·1 n Lauge aufgekocht und auf 100 cm³ verdünnt. Der ungelöste Anteil wird event. abfiltriert und von neuem benützt.

Bromthymolblau und Neutralrot: Beide werden in 0·04%iger alkoholischer Lösung verwendet.

Die Bereitung der übrigen anzuwendenden Lösungen (für die titrimetrische Kalkbestimmung etc.) ist bei den betreffenden Vorschriften angegeben.

Sonderabdruck

aus der „Zeitschrift für die Zuckerindustrie der Čechoslovakischen Republik“,
Jahrgang LX. (XVII.), 1935/36, Heft 6, Seite 46—47.



I. Nachtrag

zur IV. Ausgabe der „Anleitung zur Durchführung chemischer Analysen in Zuckerfabriken nach einheitlichen Methoden“.

(Nach Beschlüssen einer Sonderkommission zusammengestellt von Dr. Ing. J. Vondrák.)

Die Kommission für einheitliche Untersuchungsmethoden unterzog in ihrer am 17. Juni 1935 stattgehabten Sitzung die IV. Ausgabe der „Anleitung zur Durchführung chemischer Analysen in Zuckerfabriken nach einheitlichen Methoden“ einer Revision und beschloß, die folgenden Vorschriften einzureihen bzw. abzuändern oder zu ergänzen:

1. Bei der Probenahme der Rübe auf dem Felde vor der Kampagne wird vorgeschrieben, stets 10 Rüben, und nicht, wie bisher angegeben, 5—10 Stück zu ziehen. Die Ziffer 5 in der 7. Zeile des Abschnittes 1. im Kapitel „die Rübe“ ist daher zu streichen.

2. Die Kommission empfiehlt die Bestimmung des schädlichen Amid- und Aminostickstoffs in der Rübe nach der kolorimetrischen Methode von Staněk-Pavlas (diese Zeitschrift 59, 1934/35, 129), wobei in folgender Weise verfahren wird: „Halbnormaler, vollkommen klarer Digestionssaft resp. $\frac{1}{2}$ n geklärter Preß- oder Diffusionssaft wird mit $1/10$ des Volumens Kupferreagens vermischt, am besten in der Weise, daß der Saft in ein Versuchsfäschchen mit erweitertem Aufsatz bis zur unteren Marke gefüllt wird, worauf mit dem Kupferreagens bis zur oberen Marke ergänzt und tüchtig durchgeschüttelt wird. Das Versuchsfäschchen wird unter eine Glühlampe für künstliches Tageslicht (Osram oder Philips, etwa 25—50 W) gestellt. Die Glühlampe ist mit einem weißen Schirm (event. aus Filterpapier) zu versehen und ist ungefähr 30 cm oberhalb des Fäschchens angebracht. Die Etalone sind in einer Reihe und zwar mit der

schmalen Seite zum Beobachter, mit weißem Papier als Unterlage, unterhalb der Glühlampe aufgestellt. Das ebenfalls mit der schmalen Seite zum Beobachter gekehrte Fäschchen führt man der Reihe der Etalone entlang und beobachtet von oben, die kleine Fläche zwischen der schmäleren Wand und dem Hals des Fäschchens betrachtend. Von der Stelle in der Reihe der Etalone, welche in der Farbe derjenigen der geprüften Flüssigkeit am nächsten kommt, nehmen wir die einzelnen Etalone hervor, stellen sie neben dem Fäschchen direkt unterhalb der Lampe auf das weiße Papier und vergleichen die Farben. Nach ganz kurzer Einübung finden wir sehr rasch und genau den Etalon der übereinstimmenden Farbe, resp. erkennen, daß der eine dunkel ist und der andere lichter, worauf geschätzt wird, welchem der Etalone die geprüfte Lösung näher kommt und lesen dann vom Fäschchen direkt die Mengen schädlichen Aminostickstoffs in mg pro 100 g Rübe ab. Eventuell werden auch die Werte zwischen den beiden benachbarten Etalonen geschätzt. Da sich manchmal bei längerem Stehen ein gelber oder dunkelgefärbter Niederschlag aus der untersuchten Flüssigkeit absetzt, ist es nötig, das Messen unverzüglich nach dem Vermischen des Saftes mit dem Kupferreagens vorzunehmen. Das Messen wird in einem verdunkelten Raum oder zumindest in einer dunklen Ecke des Arbeitsraumes ausgeführt, damit Tageslicht resp. gewöhnliches Glühlampenlicht nicht stört.

Das Kupferreagens bereitet man wie folgt:

10 g reines kristallisiertes unverwittertes und nicht feucht gewordenes Kupfernitrat werden in 700 cm³ Wasser in der Kälte in einem Literkolben gelöst, 250 g kristallisiertes Natriumacetat zugesetzt, nach dem Auflösen auf Normaltemperatur erwärmt, auf 1 Liter aufgefüllt, durchgeschüttelt und filtriert. Die Lösung ist hinreichend beständig. Es entsteht nur zu Anfang beim Stehenlassen eine ganz geringe Abscheidung kristallinischen Niederschlages von basischem Kupferacetat, welche abfiltriert wird, und es bleibt die Farbe, sofern der Kupfergehalt nur unbedeutend geändert wurde, in messbaren Grenzen unverändert.“

3. Die Kommission macht auf die Möglichkeit der Unterscheidung der Zuckerrübe von minderwertigen Rüben aufmerksam; die bezüglichen Methoden sind beschrieben in den Mitteilungen: Dipl. agr. V. Stehlik „Das Vorkommen fabrikativ minderwertiger Rüben in der angelieferten Zuckerfabriksrübe“. (Diese Zeitschrift 56, 1931/32, 22) u. Dipl. agr. V. Stehlik, Dr. Ing. K. Šandera u. Ing. M. Šanderová: „Konduktometrische Methode zur Unterscheidung der Zuckerrübe von Halbzucker- und Futterrübe“ (diese Zeitschrift 59, 1934/35, 25).

4. Die Kommission empfiehlt die regelmäßige Bestimmung des schädlichen Amid- und Aminostickstoffs im Diffusionssaft nach der Methode von Stanek-Pavlas (die Vorschrift ist im Abschnitt „Rübe“ angeführt).

5. Die Kommission empfiehlt, ab und zu den Gehalt an Kohlensäure und Ammoniak in Brüdenwässern mittels doppelter Titration gemäß der Vorschrift von Vl. Stanek u. Dr. Ing P. Pavlas (vorliegende Zeitschrift, 58, 1933/34, 387) zu bestimmen, weil diese Messung für die Auswahl geeigneten Wassers für die Schlammausfällung von Bedeutung ist und eine Information über richtige Arbeit auf der letzten Saturation und bei der Auskochung ermöglicht.

6. Betreffs der konduktometrischen Aschenbestimmung in Dicksäften macht die Kommission auf das von Ing. M. Šanderová und Dr. Ing. K. Šandera beschriebene Verfahren (diese Zeitschr. 59, 1934/35, 345) aufmerksam.

7. Die Kommission entschied, daß für die Aschenbestimmung in Rohzuckern ab 1. September 1935 der folgende Beschuß der Kommission für die Handelsbewertung von Rohzuckern*) verbindlich eingeführt werde: „Die bei

den Handelsanalysen von Rohzuckern bereits in zwei Kampagnen erzielten günstigen Ergebnisse der konduktometrischen Aschenbestimmung führen nun zu der weiteren Etappe in der Einführung der Konduktometrie. Ab 1. September 1935 wird bei Handelsanalysen von Rohzuckern ausschließlich die konduktometrische Methode bis zum Aschengehalt von 1.00% zugelassen. Das Konduktometer muß mit einer 0.01 n Lösung von reinem Chlorkalium geeicht sein; es muß 81 Teilchen anzeigen. Während der Kampagne wird wenigstens eine einmalige Nachrechnung in der Woche empfohlen. Jede konduktometrische Messung muß zweimal ausgeführt werden. In das Zertifikat wird der Durchschnittswert der beiden Messungen eingetragen. Bei Rohzuckern, die einen konduktometrischen Aschengehalt über 1.00% ergeben, muß auch die gewichtsanalytische Bestimmung vorgenommen werden und wird in das Zertifikat der Durchschnitt der konduktometrischen und der gewichtsanalytischen Bestimmung eingetragen, insoweit die Differenz nicht größer ist als 0.05%. Bei einem größeren Unterschied wird die Asche nochmals gewichtsanalytisch ermittelt und wird dann der Durchschnitt der beiden Gewichtsanalysen eingetragen. Für die Deportage gilt der gleiche Vorgang wie für die betreffende übliche Analyse.“

8. Die Kommission macht aufmerksam, daß sowohl bei der Bemusterung der Melasse wie auch bei der Melasseeinwaage zur Analyse die Melasse gründlich durchgemischt werden muß, damit das Muster der Zusammensetzung des Ganzen entspricht. Besonders muß darauf geachtet werden, daß am Boden des Gefäßes kein dem Durchmischen entgangener, eventuell auskristallisierter Zucker verbleibt.

9. Zum Entschäumen der Melasse wird von der Kommission bloß das Entschäumungsgefäß von Ing. K. Urban (Listy cukrovarnické, 29, 1910/11, 241) vorgeschrieben; auch wird das Entschäumen in den Musterbüchsen von der Kommission für zulässig erklärt. Dagegen wird das Entschäumen in beheizten offenen Trichtern verworfen, weil die Melasse darin eindicken kann.

10. Die Kommission macht von neuem darauf aufmerksam, daß für die Invertzuckerbestimmung in Rohzuckern ausschließlich die direkte ungekürzte jodometrische Methode Dr. Ofners (diese Zeitschr. 56, 1931/32, 249) angenommen wurde und demzufolge der Rohzucker nach keiner anderen Methode, also auch nicht nach der sogen. gekürzten Ofnerschen Methode, auf Invertzucker untersucht werden darf.

Da sich bei längerem Stehen aus der Ofnerschen Lösung häufig ein braunroter Nieder-

*) Diese Vorschrift wurde vom Ausschuß des Zentralvereins der čechoslovakischen Zuckerindustrie noch nicht genehmigt. Sollte es vielleicht zu irgendwelchen Änderungen der Vorschrift kommen — worauf in der vorliegenden Zeitschrift aufmerksam gemacht werden würde — müßte man bei den Handelsanalysen von Rohzuckern so vorgehen, wie es der Ausschuß des Zentralvereins der čechoslovakischen Zuckerindustrie bestimmen wird.

schlag abscheidet, wird empfohlen, nicht überflüssigerweise große Vorräte herzustellen, und die Vorratslösung nach Ablauf von einem Monat — wenn sie einen Nicderschlag zeigt — (am besten mittels Norits) zu filtrieren. Es muß darauf geachtet werden, daß die Lösung auf kaltem Wege hergestellt wird, vor dem Auffüllen zur Marke muß sie dann etwa

2 Stunden in siedendem Wasserbad oder 20 Minuten über der Flamme gekocht werden. Nach dem Abkühlen und Auffüllen wird (auf 1 Liter Lösung) etwa 1 Kaffeelöffel Norit zugesetzt, tüchtig durchgeschüttelt und filtriert. Die auf diese Weise bereitete Lösung bleibt, nach Mitteilung Dr. R. Ofners, lange klar.

502

HNCRB

HAAH

1937: 1^{L2}

Sonderabdruck

aus der „Zeitschrift für die Zuckerindustrie der Čechoslovakischen Republik“,
Jahrgang LXI. (XVIII.), 1936/37, Heft 6, Seite 46—48.



II. Nachtrag zur IV. Ausgabe der Anleitung zur Ausführung chemischer Untersuchungen in Zuckerfabriken nach einheitlichen Methoden.

(Nach Beschlüssen einer Sonderkommission zusammengestellt von Dr. Ing. Jiří Vondrák.)

Die Kommission für Einheitliche Methoden nahm in ihrer Sitzung vom 19. Juni 1936 eine Revision des bisherigen Wortlautes der IV. Ausgabe der „Anleitung zur Ausführung chemischer Untersuchungen in Zuckerfabriken nach einheitlichen Methoden“ vor und beschloß die folgenden Vorschriften einzureihen, bzw. zu ändern oder zu ergänzen:

1. Die Kommission macht neuerdings aufmerksam, daß bei der *Probenahme und Zurichtung von Zuckerrüben-samenmustern* zum Zwecke der Handelsanalyse nach den „Gebräuchen der Prager Produktenbörsé für den Handel mit Zucker- und Futterrübensamen“ vorgegangen werden muß. Namentlich wird auf die Bestimmungen des 4. Absatzes der Probenahmeverordnung aufmerksam gemacht, welcher wie folgt lautet:

„Die Säcke, aus welchen die Proben gezogen werden sollen, bestimmt der Käufer. Die Proben müssen von verschiedenen Stellen der Säcke (von oben, von der Mitte und von unten) genommen werden. Auf Ersuchen einer Partei müssen die Proben aus einem gut durchgemischten Haufen, auf welchen der Samen aus den Säcken ausgeschüttet wurde, entnommen werden. In diesem Falle zieht man die Proben etwa von 10 verschiedenen Stellen und Tiefen.“

2. Bei der Vorschrift über die *Probenahme von Rüben auf dem Felde vor der Kampagne* wird der 3. Satz des 1. Absatzes in folgender Weise geändert: „An einer geeigneten Stelle, etwas weiter vom Feldrand, wählen wir eine Zeile, von welcher *mindestens* 10 hintereinander wachsende Rüben herausgezogen werden.“

3. Die Vorschrift über die *Rübenprobennahme von Wägen* wird durch folgenden Nachtrag ergänzt:

„Die obere Rübenschicht von etwa $\frac{1}{4}$ m Dicke muß von der Bemusterung ausgeschlossen werden.“

4. Die Kommission entschied, daß zu der Vorschrift über die Prüfung des *Diffusionssaftes* folgendes beigefügt werde:

„Es empfiehlt sich von Zeit zu Zeit die Azidität des Diffusionssaftes (zur Kontrolle des bakteriellen Infektionsgrades) zu bestimmen, was durch Titration gegen

Phenolphthalein, oder durch Bestimmung der Wasserstoffionenkonzentration (pH) vorzunehmen ist.“

5. Die Kommission beschloß, anstatt der bisher üblichen Untersuchung ungepreßter Rübenschitzel die Bemusterung der Preßschitzel (zusammen mit dem Schitzelpreßwasser) einzuführen, denn die Preßschitzel sind besser durchgemischt und ist auch ihre Menge bekannt.

Die Vorschrift für die *Probenahme ausgelaugter Schnitzel* wird wie folgt geändert:

„Mindestens alle 2 Stunden wird die Probe der ausgelaugten gepreßten Schnitzel z. B. vom Transporteur genommen. Man entnimmt etwa 5 kg in ein Blechgefäß, wie es zum Milchtransport benutzt wird. Um dieses Gefäß nicht mit demjenigen für Süßschitzel zu verwechseln, ist dasselbe auffällig — z. B. mit rotem Anstrich — zu bezeichnen. (Das Gefäß braucht keinen grobgelocherten Boden haben, wie dies bisher für ungepreßte Schnitzel vorgeschrieben war.)“

Im Zusammenhang mit dieser Änderung wird der letzte Absatz des Abschnittes „*Ausgelaugte Schnitzel*“ gestrichen, und zwar: „Da die Bemusterung ungepreßter Schnitzel manchorts mit Schwierigkeiten verbunden ist, wird empfohlen, Versuche über die Probenahme der gepreßten Schnitzel, die bereits verhältnismäßig gut durchgemischt sind, vorzunehmen.“

6. Die Aufschrift des Abschnittes „*Diffusionsablaufwasser*“ wird auf „*Diffusions- und Schnitzelpressen-Ablaufwasser*“ geändert und die Vorschrift für die Probenahme durch folgenden Satz ergänzt: „Die Probe des Ablaufwassers von der Schnitzelpresse wird jede Stunde beim Auslauf aus dem Schnitzelpreßmantel aufgefangen.“

7. In der Vorschrift über die Prüfung des *Saturationssaftes* werden die Absätze 7., 8. und 9. gestrichen (und zwar von den Worten: „Die vorteilhafteste Alkalität des letzten Saturationssaftes . . .“ bis zu den Worten „. . . (siehe Zt. Ver. D. Zuckerind. 78, 1928, 326) folgenderweise zu verfahren:“

Anstatt dieser drei Absätze wird ein neuer Absatz

eingeschoben: „Die vorteilhafteste Saftalkalität auf der letzten Saturation wird nach Spengler und Böttger (siehe Zt. Ver. D. Zuckerind. 78, 1928, 326) in folgender Weise kontrolliert.“

Hierauf folgt der bisherige 10. Absatz, beginnend mit den Worten: „dem letzten Saturationsgefäß werden fortlaufend . . .“.

8. Am Schlusse des Abschnittes „Saturationssäfte“ wird ein neuer Absatz angefügt:

„Die Kommission empfiehlt die Alkalität und den Kalksalzgehalt beim Dünnsaft auch in 100 Teilen Trockensubstanz auszudrücken und aus dem Vergleich mit analogen Werten für den Dicksaft den prozentischen Rückgang oder Aufstieg der Alkalität bzw. des Kalkgehaltes bei der Säfteverdampfung zu berechnen.“

9. Die Kommission macht aufmerksam, daß beim Nachweis der Anwesenheit von Zucker im *Kondens- und Brüdenwasser* mittels *a-Naphthels* auch das Photokolorimeter von Šandera zufolge des Vorschlages von Dr. A. Dolinek (siehe Zt. Zuckerind. ČSR 56, 1931/32, 47) verwendet werden kann.

10. Für die *konduktometrische Aschebestimmung im Dicksaft* wird ausschließlich der von Ing. M. Šanderová und Dr. Ing. K. Šandera (Zt. Zuckerind. ČSR 59, 1934/35, 345, 353) beschriebene Vorgang eingeführt. Aus diesem Grunde wird der Schluß des 9. Absatzes und der ganze 10. Absatz des Abschnittes „Dicksaft“ gestrichen („. . . nach dem folgenden Vorschlag von V. Sázavský ausgeführt: Das dreifache Normalgewicht Dicksaft wird abgewogen, mit destilliertem Wasser in einen 200 cm³-Kolben gespült und mit Wasser zur Marke ergänzt; die Konduktometerangabe wird durch 1·5 dividiert“ und durch neuen Text des folgenden Wortlautes ersetzt:

„Beim Dicksaft empfiehlt sich von Zeit zu Zeit das Rendement (auf 100 Zucker umgerechnet) zu bestimmen, das die Saftqualität besser zum Ausdruck bringt als der Quotient (siehe Ing. V. Sázavský, LC 49, 1930/31, 628). Die hiezu erforderliche Bestimmung des Aschengehaltes erfolgt entweder gewichtsanalytisch oder besser konduktometrisch nach Ing. M. Šanderová u. Dr. Ing. K. Šandera (l. c.) in folgender Weise.“

„Das doppelte Normalgewicht (52·052 g) Dicksaft wird in einen 200 cm³-Kolben eingewogen und ohne vorherige Klärung mit destilliertem Wasser zur Marke aufgefüllt. Die in Teilchen der Zuckerkralle gefundene Leitfähigkeit multipliziert man mit dem Faktor 0·0132, wodurch man direkt Asche auf 100 Polarisation erhält, ohne die Polarisation kennen zu müssen. Zwecks Ersparung der Multiplikation wurde eine Tabelle berechnet, aus der man aus der Leitfähigkeit die Asche auf 100 Polarisation (korrigierte Sulfatasche) ablesen kann. Diese Tabelle ist in der zitierten Originalarbeit als Tabelle IV abgedruckt und wird in das Jahrbuch Neumannův cukrovarnický kalendář eingereiht werden.“

Muß man die Menge der Asche auf das Saftgewicht kennen, so multipliziert man die gefundene Leitfähigkeit mit einem von der Polarisation abhängenden, in Tabelle III der zitierten Arbeit angeführten Faktor, welche Tabelle ebenfalls in den genannten Zuckerkalender aufgenommen wird (für Pol. 52 gilt der Faktor 0·00705, für Pol. 55 ist er 0·00743, für Pol. 60 multipliziert man mit 0·00783, für Pol. 65 mit 0·00812 usw.).

Beispiel: Der Dicksaft mit einer Polarisation von 53·1 zeigt in einfachnormaler Lösung die Leitfähigkeit 139 Teilchen.

Die konduktometrische Asche (korrigierte Sulfatasche) wird auf 100 Polarisation wie folgt umgerechnet:

$$139 \times 0\cdot0132 = 1\cdot84\%.$$

Die konduktometrische Asche (Sulfatasche, korrigiert) wird auf das Saftgewicht wie folgt umgerechnet:

$$139 \times 0\cdot00716 = 0\cdot99\%.$$

Die erstere Zahl ist eher nur eine informative; die

zweite Art ist genauer. (Die Unterschiede zwischen beiden erreichen selten 0·2%).

11. Am Ende des Abschnittes „Dicksaft“ wird der folgende neue Absatz angefügt.

„Die Kommission empfiehlt von Zeit zu Zeit im Dünns- und Dicksaft die Bestimmung der reduzierenden Stoffe vorzunehmen, wobei die Ergebnisse ebenfalls auf 100 Trockensubstanz ausgedrückt werden, um eine eventuelle Zunahme an Invertzucker bei der Verdampfung vergleichen zu können. Im Hinblick darauf, daß diese Kontrolle nur eine informative ist, ist hier zulässig die gekürzte Methode *Ofner-Gračko*, die für ungeklärte Lösungen ausgearbeitet wurde (siehe Zt. Zuckerind. ČSR 57, 1932/33, 125). Die Vorschrift wird im Abschnitt „Invertzuckerbestimmung“ mitgeteilt werden.“

12. Die Kommission beschloß, daß die Analyse von *Sirupen und Melasse* in der Verdünnung 1:1 ausgeführt werde und zwar sowohl für die Bestimmung der Saccharisation mittels Pyknometers oder Refrakтомeters, als auch beim Einwägen für die Polarisation.

Zur Beachtung: Diese Änderung des Vorganges wird auch zur verbindlichen Annahme für Handelsanalysen vorgeschlagen; solange aber der Vorschlag durch die maßgebenden Körperschaften (Zentralverein der českoslovakischen Zuckerindustrie, Gemischte Aufsichtskommission, Verband der öffentlichen Versuchs- und Untersuchungsstationen der Börsenchemiker, Prager Waren- und Effektenbörs) nicht offiziell genehmigt sein wird, muß man bei den Handelsanalysen von Melasse den bisherigen Vorgang einhalten, während die Verwendung der Lösung 1:1 vorläufig nur für die Betriebskontrolle empfohlen wird. Eine offizielle Einführung von Änderungen auch in Handelsanalysen wird in unserer Zeitschrift veröffentlicht werden.

Im Zusammenhang mit diesen Änderungen werden Absatz 2. und 3. des Abschnittes „Sirupe und Melasse“ („Untersuchung: Zur Polarisation: Für die Zwecke der Betriebskontrolle . . . bis . . . Bei Benutzung eines 200 mm-Polarisationsrohres werden direkt Prozente Zucker abgelesen“) gestrichen und durch die folgenden drei neuen Absätze ersetzt:

„Die Analyse von Sirupen und Melasse wird unter Verwendung der Lösung 1:1 ausgeführt. In ein trockenes Blechgefäß (wie solches für die Digestionsbestimmung benutzt wird, welches aber auffällig bezeichnet werden soll, um Verwechslungen zu vermeiden) werden 200 g gut durchgemischten Sirups oder Melasse eingewogen, mit 200 g Wasser ergänzt, in das Gefäß ein kleines trockenes Kettchen oder einige Bleistückchen eingelegt; das Gefäß wird geschlossen, in ein heißes Wasserbad eingesetzt und zeitweilig wird der Gefäßinhalt durchgeschüttelt, bis der Ton beim Schütteln erkennen läßt, daß der Sirup resp. die Melasse zur Gänze gelöst ist. Man stellt hierauf das Gefäß in kaltes Wasser und benützt die abgekühlte Lösung für die weitere Untersuchung. Man muß sich aber überzeugen, ob nicht ein Teil der eingewogenen Substanz ungelöst geblieben ist.“

Zur Polarisation für die Zwecke der Betriebskontrolle wird nach gründlichem Durchmischen das Doppeltnormalgewicht der Lösung 1:1 (ist gleich dem Normalgewicht des ursprünglichen Sirups oder Melasse) auf 200 cm³ abgewogen, mit Essigsäure gegen Phenolphthalein neutralisiert, mit 20 cm³ Bleissig geklärt, aufgefüllt, filtriert und polarisiert.

Zur direkten Polarisation für Handelszwecke wird das vierfache Normalgewicht der Lösung 1:1 (gleich Doppeltnormalgewicht der ursprünglichen Substanz) in ein Meßgefäß von 200 cm³ oder das fünffache Normalgewicht der Lösung 1:1 in einen 250 cm³-Kolben eingewogen (am besten tut man, wenn man die Lösung 1:1 direkt in den Meßkolben einwägt; beim Einwägen in die Wägeschale muß man mit einer ge-

ringen Wassermenge, mit Rücksicht auf das große Volumen der verwendeten Klärmittel, einspülen). Bei stark alkalischer Melasse neutralisiert man die Lösung mit Essigsäure auf Phenolphthalein, eventuellen Schaum entfernt man nach etwa ½-stündigem Stehen mit Äther oder Alkohol. Hierauf setzt man 40 cm³ (resp. 50 cm³ bei dem fünffachen Normalgewicht der Lösung 1:1) der Herles'schen Bleinitratlösung (bereitet nach der neuen Vorschrift durch Einspülen von 340 g Bleinitrat in einen Literkolben und Ergänzung zur Marke) zu, mischt vorsichtig durch kreisende Bewegung durch und setzt dann unter mäßigem fortwährendem Kreiseln 40 cm³ (resp. 50 cm³) der Herles'schen Natronlauge zu (neu vorgeschriebene Konzentration: 32 g Natriumhydroxyd in einem Literkolben eingespült und zur Marke ergänzt). Die geklärte Lösung wird fast zur Marke aufgefüllt, mindestens eine ½ Stunde stehen gelassen, auf Normaltemperatur gebracht, zur Marke ergänzt, durchschüttelt, filtriert und polarisiert. Das Filtrieren muß bei bedecktem Filter vor sich gehen, wie dies auch für Rohzucker vorgeschrieben ist. Bei 200 mm-Polarisationsröhre werden direkt Prozente Zucker abgelesen.

Der bisherige 5. Absatz des Abschnittes „Sirupe und Melasse“ („Spezifisches Gewicht: . . . bis . . . auch in der unverdünnten Melasse zu bestimmen“) wird durch einen neuen Absatz von folgendem Wortlaut ersetzt:

„*Spezifisches Gewicht*. Die Dichte der Sirup- oder Melasselösung 1:1 wird am besten mittels Pyknometers bestimmt, in der Domke-Tabelle die zugehörige Saccharisation der Lösung ausgesucht, deren verdoppelter Wert die Saccharisation des ursprünglichen Sirups resp. Melasse angibt. Für die Betriebskontrolle empfiehlt sich die refraktometrische Trockensubstanzbestimmung in der Lösung 1:1 und Verdopplung des Ergebnisses, zur groben Information bestimmt man eventuell auch die refraktometrischen Trockensubstanzen in der unverdünnten Substanz.“

13. Für die Untersuchung der *Saturations- und Rauchgase* wird der *Forward-Apparal* (Erzeugnis der Fa Frič) neben den bisher empfohlenen Apparaten der Firma Siemens, Ados, Mono, Ekonograf usw. empfohlen.

14. Dem Abschnitt „*Invertzuckerbestimmung*“ wird Folgendes angeschlossen: Für die informative Kontrolle des Gehaltes an reduzierenden Stoffen im Dünnsaft und Dicksaft ist es zulässig nach der ungekürzten Methode *Ofner-Gräcko* (l. c.) wie folgt vorzugehen: Es werden 10 g Rohzucker (I. Produkt) resp. soviel eines entsprechenden Saftes, daß darin 10 g Zucker enthalten sind, abgewogen, in einen Erlenmeyer-Kolben (etwa 300 cm³) gebracht und nach Zusatz von 50 cm³ destillierten Wassers resp. von soviel Wasser, damit der eingewogene Saft auf 60 g ergänzt erscheint, und setzt 50 cm³ des Ofnerschen Kupferreagens hiezu. Man bringt noch etwas größeren Bimssteinpulvers oder Talk hinein und schließlich 5 cm³ jener Jodlösung (0.0323 norm.), die für die spätere Titration bereit steht. Man stellt nun den Kolben auf ein mit einer mit Kreisaus-

schnitt versehenen Asbestplatte unterlegtes Drahtnetz und fährt nach der ursprünglichen Methode (Zt. Zuckerind. Čsl. Rep. 56, 1931/32, 251) fort; bei der Titration werden die vorher zugesetzten 5 cm³ 0.0323 n-Jodlösung nicht berücksichtigt. Von dem Gesamtverbrauch an der 0.0323 n-Jodlösung wird 1 cm³ für die durch 10 g Saccharose bewirkte Reduktion in Abzug gebracht und es entspricht jeder weitere 1 cm³ Jodlösung 1 mg Invertzucker. Falls es wegen niedrigerer Saftkonzentration oder wegen höheren Gehaltes an Invertzucker nicht gut möglich ist die Invertzuckerbestimmung bei Anwesenheit von 10 g Zucker auszuführen, wird weniger Saft eingewogen, z. B. soviel, als 5 g Zucker entspricht, und mit Wasser zu 60 g nachgefüllt; vor dem Kochen setzt man dann eine entsprechend kleinere Menge Jodlösung (z. B. 2.5 cm³) zu und zieht in gleichem Verhältnis eine kleinere Korrektion für die anwesende Saccharose (z. B. 0.5 cm³) ab.

Die Kommission macht ausdrücklich darauf aufmerksam, daß diese gekürzte Ofnersche Methode bei Handsanalysen von Rohzuckern nicht benutzt werden darf, sondern daß hier ausschließlich nur die direkte ungekürzte iodometrische Methode Dr. Ofners (Zt. f. Zuckerind. ČSR 56, 1931/32, 249), die für Handsanalysen offiziell vorgeschrieben ist, angewendet werden darf.

Zugleich macht die Kommission auf den Artikel Dr. R. Ofners (Zt. f. Zuckerind. ČSR 60, 1935/36, 61) aufmerksam, in welchem beschrieben ist, wie bei der Bereitung der Ofnerschen Lösung vorgegangen werden muß, damit die Beständigkeit der Lösung gesichert ist.

15. In dem Abschnitt „*Bestimmung der Kalksalze in Zuckarfiksprodukten*“ ist im ersten Absatz nach dem Satze: „Vorher wird ein blinder Versuch mit destilliertem Wasser ausgeführt und die entsprechende Anzahl verbrauchter cm³ Seifenlösung wird dann in Abzug gebracht“, der folgende neue Satz einzuschließen:

„Den der verbrauchten Menge Seifenlösung entsprechenden Kalksalzgehalt findet man in der Spengler-Brendelschen Tabelle, die ebenfalls in den Zukerkalender eingereiht werden wird. (Der Gehalt an Kalksalzen ist nicht direkt proportional dem Verbrauch an Seifenlösung.)

16. Beim *Affinationssirup* empfiehlt die Kommission die regelmäßige Temperaturkontrolle des verdünnten ausgewärmten Sirups in den Behältern.

17. Für die Ermittlung der *Alkalität der Deckläre* wird Phenolphthalein anstelle des bisher empfohlenen Neutralrots resp. Bromthymolblaus eingeführt.

18. In das „*Verzeichnis der Instrumente, Gefäße und für die Zuckarfiks laboratorien notwendigen Einrichtungen*“ werden Apparate für die Saturations- und Rauchgasanalyse und zwar Forward (Erzeugnis der Fa Frič), Siemens oder Ados, Mono, Ekonograf usw. eingereiht.

1937:1740

Sonderabdruck

aus der „Zeitschrift für die Zuckerindustrie der Čechoslovakischen Republik“,
Jahrgang LXII. (XIX.), 1937/38, Heft 7, Seite 54—55.



III. Nachtrag zur IV. Ausgabe der „Anleitung zur Durchführung chemischer Analysen in Zuckerfabriken nach einheitlichen Methoden“.

(Nach Beschlüssen einer Sonderkommission vom 9. September 1937
zusammengestellt von DR. ING. JIŘÍ VONDRAK.)

Die Kommission für einheitliche Untersuchungsmethoden unterzog in ihrer am 9. September 1937 stattgehabten Sitzung den bisherigen Wortlaut der IV. Ausgabe der „Anleitung zur Durchführung chemischer Analysen in Zuckerfabriken nach einheitlichen Methoden“ einer Revision und beschloß, die folgenden Vorschriften einzureihen bzw. abzuändern oder zu ergänzen:

1. Bei der Analyse von Rüben und Süßschnitzeln empfiehlt die Kommission, bei jeder Bestimmung der Digestion auch den Gehalt an schädlichem Aminostickstoff (sogen. amidische Zahl) nach der kolorimetrischen Methode von Staněk-Pavlas (Zt. f. Zuckerind. ČSR 59, 1934/35, 129) zu ermitteln. Das Verfahren wurde im I. Nachtrag vom Jahre 1935 zu den einheitlichen Methoden beschrieben.

2. Die Vorschrift für die Probenahme ausgelaugter Schnitzel wird wie folgt abgeändert: „Man entnimmt jede $\frac{1}{2}$ bis 1 Stunde eine Probe von gepreßten Schnitzeln... usw.“; der weitere Wortlaut bleibt ohne Änderung, wie im II. Nachtrag von 1936 angeordnet wurde.

3. Bei geschiedenen und saturierten Säften empfiehlt die Kommission das Studium der Filtrierbarkeit mittels des von Prof. Dr. Ing. J. Dědek und D. Ivančenko in Zt. f. Zuckerind. ČSR 61, 1936/37, 201 beschriebenen Mikrofilters.

4. Für die Kontrolle der Alkalität des saturierten Saftes von der letzten Saturation empfiehlt die Kommission die Erprobung der von Vl. Staněk und Dr. P. Pavlas in Zt. f. Zuckerind. ČSR 61, 1936/37, 361 u. 369 beschriebenen Methode und zwar:

a) für die übliche Kontrolle des Grades der Aus-saturierung im Betriebe empfiehlt sie das Studium der in Zt. f. Zuckerind. ČSR 61, 1936/37, 361 beschriebenen Methode, bei der die Farbe von 10 cm^3 abge-

kühlten trüben Saftes von der letzten Saturation nach Zusatz von 1 cm^3 einer speziell bereiteten Phenolphthaleinlösung mit farbigen Papieretalons verglichen wird.

b) Für die Bestimmung, bis zu welcher Alkalität auf der letzten Saturation saturiert werden muß, empfiehlt die Kommission, nach einer von den in der Arbeit von Vl. Staněk und Dr. P. Pavlas, Zt. f. Zuckerind. ČSR 63, 1937/38, 33 angeführten Methoden vorzugehen. In der Zusammenfassung der genannten Arbeit sind folgende Richtlinien für die Wahl einer geeigneten Methode angegeben:

„A. Für Säfte mit fester Alkalität, d. i. mit amidischer Zahl bis etwa 30, mit genügender natürlicher Alkalität, können angewandt werden:

1. Die Methode der Spengler-Böttgerschen Titration auf Phenolphthalein und Methylrot. Der Verbrauch gegen Methylrot ist bei optimaler Alkalität ungefähr doppelt so hoch als gegen Phenolphthalein.

2. Turbidimetrische Methoden. — Die durch das Strontiumnitrat ohne Zusatz von Ammoniak wie auch nach Zusatz desselben hervorgerufene Trübung muß annähernd gleich intensiv oder eher um wenige Millimeter am Turbidimeter im alkoholischen Medium niedriger sein.

3. Die von uns modifizierte Methode nach Brückner-Wenze. Die Alkalität der zugesetzten Menge von titrierter Lauge muß nach dem Vermengen mit Strontiumnitrat wieder titrimetrisch unter Benutzung von Phenolphthalein bestimmt werden. Steigt die Alkalität, wurde zu wenig saturiert, sinkt sie — wurde übersaturiert.

B. Für Säfte mit sinkender Alkalität, d. i. am häufigsten solche mit hoher amidischer Zahl, oder für teilweise invertierte Säfte:

1. Man untersucht, bei welcher Alkalität der fil-

trierte Saft den geringsten Kalksalzgehalt aufweist.

2. Man benützt die modifizierte Vermengungsmethode von Bruckner.

Durch diese Methoden erkennen wir, welche aktive Alkalität, bzw. welches Feld der Etalonskala für die weitere Verarbeitung am günstigsten ist und auf „welche Farbe“ der Saturant zu saturieren hat. Zugleich kann man beurteilen, ob Schwefelung oder Soda behandlung erforderlich ist.“

5. Die Kommission empfiehlt wiederum, in den Brüdenwässern den Gehalt an Kohlendioxyd und event. Ammoniak zeitweise nach der von *Vl. Staněk* und Dr. *P. Pavlas* beschriebenen Methode zu prüfen, und zwar entweder nach der Titrationsmethode (Zt. f. Zuckerind. ČSR 58, 1933/34, 381) oder turbidimetrisch (Zt. f. Zuckerind. ČSR 61, 1936/37, 353). Diese Messung ist für die Wahl geeigneten Wassers für die Schlammabsüßung von Bedeutung und ermöglicht eine Information über den richtigen Arbeitsvorgang auf der letzten Saturation und in der Auskochung.

6. Die Kommission empfiehlt, wenigstens einmal täglich eine Probe von *Saturationsschlamm* direkt von dem Hause zu entnehmen; bei der Analyse empfiehlt es sich, den Apparat von *Staněk* (Zt. f. Zuckerind. ČSR 57, 1932/33, 97) zu benutzen, der die Entnahme großer Schlammproben ermöglicht.

7. Die Kommission empfiehlt nochmals die zeitweilige Bestimmung reduzierender Stoffe im Dünns- und Dicksaft nach *Osfner*; nach den auf 100 Trockensubstanz umgerechneten Ergebnissen läßt sich die event. Zunahme an reduzierenden Stoffen bei der Verdampfung beurteilen. Die diesbezügliche analytische Vorschrift ist im II. Nachtrag vom J. 1936 veröffentlicht worden.

8. Für die Analyse von Melasse bleibt der analoge Zustand wie im Vorjahr weiter in Geltung, denn die Durchführung der Analyse von Melasse in Lösung 1:1 ist bloß für Betriebsanalysen eingeführt. Bei Handelsanalysen ist diese Änderung offiziell noch nicht angenommen worden, so daß nach dem früher angeführten Verfahren vorgegangen werden muß.

9. Für die Bestimmung des Kalksalzgehaltes der Säfte empfiehlt die Kommission, die turbidimetrische Methode von *Staněk-Pavlas* (Zt. f. Zuckerind. ČSR 61, 1936/37, 329) zu erproben.

10. Bestimmung der Löslichkeitsdauer von Würfelzucker.

Zum Studium empfiehlt sich die Bestimmung der Löslichkeitsdauer von Würfelzucker bei Massenproben, nach den unlängst beschriebenen Verfahren (*K. Šandera*, „Listy cukrovarnické“ 55, 1936/37, 521–525.)

a) Zerfall auf dem Netze. — Einrichtung. Ein Netz von etwa 150 × 150 mm Größe aus Messingdraht von cca 1 mm Durchm., ca. 6 bis 7 × 6 bis 7 mm Maschenweite, wird an den Rändern verlötet und zum Einhängen in ein größeres Gefäß so angeordnet, daß das Netz sich ca. 2·5 cm unter der Oberfläche und mindestens 10 cm über dem Boden befindet. Arbeitsvorgang: Das Gefäß wird mit Wasser von $20 \pm 5^\circ\text{C}$ gefüllt, auf dem abgetrockneten Netze werden stehend auf die längere enge Kante 10 Würfel gleichmäßig gestellt. Die Temperatur des Wassers (t) wird gemessen. Das Netz wird samt den Würfeln ins Wasser getaucht und die Stoppuhr in Gang gesetzt. Es wird die Zeit abgelesen, in welcher der sechste Würfel durchgefallen ist. Der gefundene Wert in Sekunden (D) wird im Bedarfsfalle auf 5 g und auf 20°C umgerechnet nach der Formel

$$D_{\frac{5}{5}}^{20} = D \cdot \sqrt[3]{\frac{5}{m}} \cdot \frac{t}{20}$$

Für die innere Kontrolle ist eine Umrechnung auf das Gewicht eines Würfels (m) nicht notwendig; für Vergleichszwecke können die Umrechnungsfaktoren

$\sqrt[3]{\frac{5}{m}}$ für die üblichen m-Gewichte in der Arbeit von *K. Šandera, A. Mirčev* (Zt. f. Zuckerind. ČSR 57, 1932/33, 217) gefunden werden.

Beispiel: $D = 290$, $m = 6$, $t = 25^\circ\text{C}$;

$$D_{\frac{5}{5}}^{20} = 290 \cdot \sqrt[3]{\frac{5}{6}} \cdot \frac{25}{20} = 290 \cdot 0.94 \cdot 1.25 = 340.$$

b) Schwimmermethode. Der Schwimmer ist ähnlich wie bei der Schwimmermethode für einen Würfel angeordnet. Das verwendete Netz ist aus verzinntem Draht von 0·4 mm Dicke mit 7 Öffnungen auf 10 mm, d. i. von 1×1 mm Maschenweite. Das 9 cm breite Netz ist in die Form eines verkehrten W gebogen, so daß auf ihm vier in gleichem Winkel geneigte Flächen entstanden sind, auf welche die Würfel (flach) gelegt werden, und zwar auf die Außenflächen je drei, auf die Innenflächen je zwei. Anstatt des Glaskörpers wurde eine gebrauchte 10 W-Glühlampe benutzt, an deren mit Picine oder Siegellack vergossenes Gewinde das Netz befestigt wurde. Der Schwimmer ist so ausbalanciert, daß er zu steigen beginnt, wenn 90 bis 95% der Würfel in Lösung gegangen sind. Die Zeit vom Eintauchen bis zum Beginn des Steigens (Durchbiegung des Einhängesadens) wird abgelesen.

Die Berechnung und Korrektion für Temperatur ist die gleiche wie ad a).

Die Kommission macht aufmerksam, daß nach den bisherigen Erfahrungen die Schwimmermethode als die genauer angesehen werden kann; für die übliche Betriebskontrolle genügt jedoch auch die das Drahtnetz anwendende Methode. Ausdrücklich wird der große Einfluß der Wassertemperatur auf die Löslichkeitsdauer hervorgehoben, so daß das Ergebnis gemäß den oben angeführten Formeln korrigiert werden muß.

11. Für die Kontrolle der Alkalität des Kesselwassers macht die Kommission auf die sogen. „Alkalitätszahl“ aufmerksam, die von der I. G. Farbenindustrie (Arch. Wärmet. 18, 1937, 209) eingeführt wurde. Die bisherige Natronzahl erweist sich nämlich im Falle der Verwendung von Phosphaten für die Entfärbung des zu benützenden Wassers als unzureichend.

Die Alkalität wird durch Titration des Wassers auf Phenolphthalein bestimmt, die Ergebnisse werden in mg NaOH auf 1 l Kesselwasser ausgedrückt. Zum Beispiel: Beim Titrieren von 50 cm³ Kesselwasser verbrauchte man 4 cm³ 0·1 n HCl, d. i. $4 \cdot 0 \times 2 = 8 \text{ cm}^3$ 1 n HCl auf 1 Liter, oder $8 \cdot 0 \times 40 = 320 \text{ mg NaOH}$ in 1 l Wasser (0·032%).

Für die üblichen Kessel kann die Alkalitätszahl von 200 bis 600 als angemessen betrachtet werden.

12. In das „Verzeichnis der Instrumente, Gefäße und für die Zuckerfabrikslaboratorien notwendigen Einrichtungen“ wird die Kollektion von farbigen Etalons zur Bestimmung von schädlichem Aminostickstoff in der Rübe nach der Methode *Staněk-Pavlas* (Zt. f. Zuckerind. ČSR 59, 1934/35, 129) eingeheiht.