

40275-0



279

134

1951

Sonderabdruck

aus

Chemisch-technische

Untersuchungsmethoden

herausgegeben von

Dr. Georg Lunge,

und

Dr. Ernst Berl,

emer. Professor der technischen Chemie
an der Eidgenössischen Techn. Hochschule
in Zürich,

Privatdozent, Chefchemiker der Fabrique
de Soie artificielle de Tubize,
Belgien.

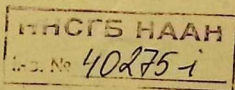
Vierter Band.

Sechste, vollständig umgearbeitete und vermehrte Auflage.

Verlag von Julius Springer in Berlin.



1911



Nicht im Buchhandel.

44
~~С. А. Н. А. Н.~~

~~С. А. Н. А. Н.~~

2. Aufl.



Rohstoffe, Erzeugnisse und Hilfsprodukte der Zuckerfabrikation¹⁾

Von



Prof. Dr. Edmund O. von Lippmann in Halle a. d. S.

I. Die Zuckerrübe.

Richtigkeit und praktischer Wert der Untersuchung sind in hohem Maße von einer sorgfältigen Entnahme wirklich zutreffender Durchschnittsproben²⁾ abhängig, besonders da die Rüben ein höchst ungleichmäßiges Material darstellen; denn nicht nur sind die Unterschiede im Zuckergehalte verschiedener, auf demselben Felde gewachsener Rüben häufig sehr groß, sondern auch in der einzelnen Rübe ist der Zucker keineswegs gleichmäßig verteilt. Sollen Durchschnittsproben ganzer Rüben gesammelt werden, so verwendet man am besten die zur Ermittlung der „Schmutzprocente“ während des Entladens der Wagen oder Waggons entnommenen Proben, deren Gesamtgewicht stets mindestens

¹⁾ Vorbemerkung. Auch bei der Neugestaltung dieses, in der ersten Auflage unter der Mitwirkung des Herrn Dr. G. Pulvermacher, in der vorliegenden unter der des Herrn Th. Hübener bearbeiteten Abschnittes lag es nicht in der Absicht des Verfassers, sämtliche vorgeschlagenen Untersuchungsweisen zu besprechen oder zu kritisieren, er mußte sich vielmehr abermals der Hauptsache nach darauf beschränken, die zumeist üblichen und praktisch genügend bewährten Methoden anzuführen und zu beschreiben, wobei außerdem in mancher Hinsicht auf die übrigen Teile des vorliegenden Werkes zu verweisen war. Im ganzen wurde jene Kürze angestrebt, die für Berufschemiker genügt, und die Anordnung so getroffen, daß jedes prinzipiell wichtige Verfahren da, wo es zum ersten Male auftaucht, auch gleich erschöpfend abgehandelt wird, so daß alles Zugehörige sich an dieser einen Stelle möglichst vereinigt findet. Der Natur der Sache nach sind Lücken und Irrtümer wohl unausbleiblich, und der Verfasser ersucht die Leser, ihn freundlichst auf solche aufmerksam zu machen. — Herr Prof. Dr. A. Herzfeld in Berlin hatte die Güte, eine Korrektur dieses Abschnittes mitzulesen und verschiedene wertvolle Bemerkungen und Zusätze beizufügen; die unter seiner Redaktion erschienenene „Anweisung für einheitliche Betriebsuntersuchungen in Rohzuckerfabriken“ (Berlin 1910, ausgearbeitet durch eine Kommission deutscher Zuckerindustrieller) hat natürlich ganz besondere Beachtung gefunden. — Die Literatur ist vollständig berücksichtigt bis zum 1. Oktober 1910.

²⁾ Vgl. Claassen, Vereinszeitschr. 1896, S. 98; Korrespondenzbl. 1893, Nr. 11; Herrmann, „Verlustbestimmung und Betriebskontrolle der Zuckerfabriken“ (Magdeburg und Wien 1905).

einige Zentner beträgt; infolgedessen ist, da man nicht die ganze Menge auf einmal verarbeiten kann, eine weitere Auswahl nötig, die unter allen Umständen mit gewissen Willkürlichkeiten verbunden bleibt, ja dem Wesen der Sache nach gar nie eine wirklich ganz entsprechende sein kann. Die ausgewählten Rüben werden gewaschen oder mit einer scharfen Bürste gereinigt und in der Regel durch Abschneiden der Köpfe sowie der dünneren Schwanzenden von den zur Verarbeitung auf Zucker ungeeigneten Teilen befreit. Gefrorene Rüben läßt man vor der Untersuchung erst allmählich in einem mäßig warmen Raume auftauen.

Die Untersuchung bestimmter, z. B. von auswärts eingeschickter Rübensendungen erfolgt am besten gemäß der hierzu von den österreichischen Chemikern besonders vereinbarten Vorschrift ¹⁾. Zur Erzielung einer richtigen Durchschnittsprobe sind, falls nur wenige Wurzeln eingesendet wurden, sämtliche Rüben zu zerkleinern (s. unten); ist eine größere Anzahl von Rüben vorhanden, so wird von jeder ein ihrer Größe entsprechender aliquoter Teil (ein Ausschnitt oder Segment der Länge nach) zur Zerkleinerung gebracht. Zu einer Probe, also zu einer Zuckerbestimmung sollen höchstens 20 Rüben benutzt werden. Enthält das eingesandte Muster mehr als 20 Rüben, so wird es in mehrere kleinere Muster von gleichem Gewichte geteilt, und der arithmetische Durchschnitt sämtlicher Befunde gilt als Zuckergehalt des Gesamtmusters.

Um gleichartige Musterproben, z. B. zur Versendung behufs Analyse durch zwei verschiedene Handelschemiker, zu erhalten, sind die betreffenden Rüben nach dem Köpfen und Putzen jede für sich zu wägen und dann dem Gewichte oder (entsprechend dem Augenscheine) der Größe nach, und zwar mit dem niedrigsten (kleinsten) Gewichte beginnend und mit dem höchsten (größten) endend, in eine Reihe zu legen. Die Rüben 1, 3, 5, 7, 9 usw. bilden die eine, die Rüben 2, 4, 6, 8, 10 usw. die zweite Probe.

Damit auf die eventuelle Austrocknung und die durch sie veränderte Zusammensetzung der Rüben Rücksicht genommen werden könne, ist bei Absendung der Proben das Gesamtgewicht der gereinigten Rüben zu ermitteln und dem untersuchenden Chemiker mitzuteilen.

Viel leichter als von ganzen Rüben läßt sich eine zutreffende Durchschnittsprobe ²⁾ von den frischen Rübenschnitzeln erhalten. Man entnimmt diese in möglichst kurzen Zwischenräumen von der Fördervorrichtung und sammelt die gleich großen Proben in einem gut verschließbaren Gefäße, dessen Inhalt in der Regel alle 3—4 Stunden, wenn aber zersetzte Rüben verarbeitet werden, jede Stunde, gründlich durchgemischt wird; mechanische (selbsttätige) Probennehmer haben sich zu diesem Zwecke noch nicht genügend bewährt. Falls das Brühverfahren angewandt wird, ist besonders darauf zu achten, daß die Schnitzel keinen Wasserdampf aufnehmen.

¹⁾ Jahr- und Adressenbuch der Zuckerfabriken und Raffinerien Österreich-Ungarns 1909/10, 81. S. auch Ledoux, „Sucrerie Belge“ 38, 218; 1909.

²⁾ Über die richtige Art der Probenahmen vgl. stets die oben erwähnte „Anweisung“ (Berlin 1910); Rübenschnitzel: S. 2.

Rüben sowohl wie Rübenschnitzel müssen zum Zwecke der Untersuchung in ausreichender Menge ¹⁾ einer weitgehenden Zerkleinerung unterworfen werden, bei der jeder Saftverlust zu vermeiden ist. Aus ersteren wird mit Hilfe der Kiehleschen Rübenschleifmaschine, der Rübenbohrmaschine von Keil und Dolle ²⁾, oder der besonders in Österreich sehr verbreiteten Stanek-Pernerschen Reibe, aus letzteren durch die ebenfalls von Kiehle konstruierte Quetschmühle ³⁾ ein äußerst feiner, sog. „unfühlbarer, geschliffener“ Brei gewonnen; in vorzüglicher Beschaffenheit läßt sich solcher rasch und billig, und zwar aus allen Materialien, auch mittels der Vorrichtungen von Herles ⁴⁾ und von Pellet ⁵⁾ erhalten. Ein gröberer, aber gleichmäßig zerteilter Brei, der jedoch für die meisten Zwecke vollständig genügt, wird aus Rüben mittels Handreiben, aus Schnitzeln durch ein- bzw. zweimaliges Zerkleinern mittels der bekannten, neuerdings sehr verbesserten Fleischhackmaschinen oder Messerhackmaschinen erzeugt. Erwähnt sei schließlich noch die von Dehne in Halberstadt konstruierte Bohrmaschine ⁶⁾, sowie jene von M. Warendorf in Oschersleben, die angeblich ohne motorischen, ja selbst ohne indirekten Handbetrieb (d. h. ohne Schwungrad und Transmission) stets sehr gleichmäßigen Brei ohne allen Saftverlust ergibt. Alle diese Apparate sind stets in mechanisch tadellosem Zustande und peinlich rein und sauber zu erhalten.

Der Brei (am besten etwa 1 kg) wird vor dem Gebrauche sorgfältig durchgemischt und in mit Deckel verschließbare Gefäße gebracht; die für die Einzelbestimmungen nötigen Mengen sind wegen der durch den starken Wassergehalt bedingten leichten Veränderlichkeit des Breies möglichst schnell hintereinander abzuwägen und die Gefäße nach jeder Probeentnahme wieder zu bedecken. Nach Pellet ⁷⁾ soll sich jedoch der Brei in gut bedeckten Gefäßen und bei mittlerer Temperatur immerhin 3–5 Stunden unzersetzt aufbewahren lassen, und zwar ohne jeden konservierenden Zusatz.

A. Bestimmung des Zuckergehaltes.

Die zur Zuckerbestimmung abzuwägende Substanzmenge beträgt gemäß der im Jahre 1900 erlassenen Vorschrift der „Internationalen Kommission für einheitliche Methoden der Zuckeruntersuchungen“ 26 g ⁸⁾.

¹⁾ Herstellung und Verwendung zu kleiner Probemengen kann nach Le Docte zu sehr erheblichen Differenzen (0,4 % u. mehr) Veranlassung geben (Sucrerie Belge 39, 128; 1910).

²⁾ Vereinszeitschr. 1889, 584; vgl. auch Frühling, „Anleitung“, 1903, 198.

³⁾ Vereinszeitschr. 1892, 281; sie bedingt leicht Saftverlust und Erwärmung des Breies.

⁴⁾ Zeitschr. für Zuckerindustrie in Böhmen 25, 209; 1900 und 26, 167; 1901.

⁵⁾ Sucrerie indigène, 62, 644; 1903; „Sans Pareil“ genannt.

⁶⁾ Zentralbl. für die Zuckerindustrie der Welt 1897, 65.

⁷⁾ Bull. Ass. Chim. 23, 539; 1905.

⁸⁾ Vereinzeitschr. 1900, 357.

Diese Menge ist das „Normalgewicht“ für den in Deutschland und, mit Ausnahme des offiziellen Frankreichs, auch in fast allen anderen Ländern üblichen Polarisationsapparat von Soleil-Ventzke-Scheibler, dessen Einrichtung und Gebrauch, namentlich in den verschiedenen, von Schmid und Haensch erdachten Modifikationen, als bekannt vorausgesetzt wird¹⁾; der erwähnten internationalen Vorschrift von 1900 zufolge sollen fortan ausschließlich Halbschattenapparate zur Anwendung gelangen. Der Hundertpunkt des Saccharimeters wird, nach Interpretation der „Physikalisch-Technischen Reichsanstalt“, festgestellt²⁾, indem man bei 20° C³⁾ im 200-mm-Rohre eine Lösung polarisiert, die bei 20° C in 100 ccm 26 g chemisch reinen Zucker enthält, der mit Messinggewichten von 8,4 Dichte in Luft von 0,0012 Dichte abgewogen wurde (oder 26,016 g Zucker, falls das Gewicht im luftleeren Raum zugrunde gelegt wird); hierbei gilt 1 ccm als Volum von 1 g Wasser bei 4° C, im luftleeren Raume abgewogen, entsprechend dem Volum von 0.997174 g Wasser, bei 20° C in Luft und mit Messinggewichten abgewogen. Jeder Teilstrich der Skala entspricht, wie ersichtlich, einer Zuckermenge von 0,26 g in 100 ccm der Lösung; wägt man also von irgendeinem Zucker oder zuckerhaltigen Stoffe 26 g wie angegeben ab, löst bei 20° C zu 100 wahren ccm und bestimmt die Ablenkung in einem 200 mm langen Rohre bei 20° C, so erhält man ohne weitere Rechnung den Prozentgehalt der angewandten Substanz an Zucker. — Um zu richtigen Ablesungen zu gelangen, ist, wie Schönrock ausdrücklich hervorhebt⁴⁾, bei Benützung weißen Lichtes zu berücksichtigen, daß auch verschiedene weiße Lichtquellen, besonders wenn verschiedene Beobachter in Frage kommen, immernoch merkliche Differenzen bedingen, die erst dann verschwinden, wenn man das Licht durch eine 1,5 cm dicke Schicht von 6proz. Kaliumbichromatlösung reinigt.

In der Praxis steht zurzeit noch vielerorts, namentlich in den Zuckerfabriken, das sog. „alte“ Normalgewicht von 26,048 g in Benützung, das sich nicht auf wahre ccm bezieht, sondern auf Mohrsche: 26,048 g Zucker (in der Luft abgewogen) drehen, bei 17,5° C zu 100 ccm gelöst und in einer Röhre von 200 mm Länge bei 17,5° C untersucht, die Polarisationsebene um 100°, und es entspricht jeder Teilstrich der Skala einer Zuckermenge von 0,26048 g in 100 ccm der Lösung.

Ein für allemal sei hier sogleich bemerkt, daß nach Herzfelds Untersuchungen (a. a. O.) genaue und richtige polarimetrische Resultate nur dann zu erzielen sind, wenn die Temperatur der Polarimeter,

¹⁾ Den käuflichen Apparaten sind überdies stets genaue Gebrauchsanweisungen beigegeben. — Über die Kontrolle der Apparate durch Normalquarzplatten und die großen Fehler, die hierbei Pressungen dieser Platten (und infolgedessen auch wechselnde Temperaturen!) veranlassen können, s. Herzfeld, Vereinszeitschr. 1899, 1, und Wiechmann, ebenda, S. 266; über die durch Konstruktion und Handhabung der Polarimeter ev. bedingten Fehler, deren Ermittlung und Beseitigung, Kovar, Öst.-Ung. Zeitschr. für Zuckerindustrie 1901, 448.

²⁾ Vereinszeitschr. 1901, 542.

³⁾ Vereinszeitschr. 1900, 997.

⁴⁾ Vereinszeitschr. 1904, 521.

der sämtlichen Geräte und der Arbeitsräume vor Anstellung der Versuche mindestens drei Stunden lang konstant erhalten wurde; weicht die Beobachtungstemperatur um mehr als einige Grade C von der Justierungstemperatur (20 oder 17,5° C) ab, so genügt die bloße Einstellung des Nullpunktes nicht mehr zur Kontrolle des Apparates, weil sich mit der Temperatur auch der Wert der Skala ändert. In diesem Falle muß man den Wert der Kontrollquarzplatten (die nicht eingekittet sein dürfen) mittels einer Normallösung chemisch reinen Zuckers für eine bestimmte (z. B. die in der Regel herrschende) Temperatur feststellen, diese aber dann auch bei allen übrigen Analysen einhalten. Anderenfalls sind bedeutende und ihrer Größe nach wechselnde Fehler, die bis $\pm 0,65^\circ$ betragen können, ganz unvermeidlich. Kölbchen, Gefäße u. s. f. müssen ebenfalls bei der Justierungstemperatur geeicht sein.

Die Rübenanalyse durch die Zuckerbestimmung im Saft, d. h. durch Polarisation des Preßsaftes und Ausrechnung „auf Rübe“ mittels eines „Saftgehaltfaktors“ von 0,95, ist als willkürlich und ganz unzuverlässig unbedingt zu verwerfen und durch jene der Zuckerbestimmung in der Rübe zu ersetzen. Diese erfolgt gegenwärtig, da die kalte alkoholische Digestion des Rübenbreies nach Stammer¹⁾ wegen ihrer Umständlichkeit und ihrer zahlreichen Fehlerquellen außer Gebrauch gekommen ist, hauptsächlich nach vier Methoden: der heißen alkoholischen Extraktion und Digestion und der heißen und kalten wäßrigen Digestion.

Insoweit unbedingte wissenschaftliche Genauigkeit gefordert wird, ist auch heute noch die, ursprünglich von Scheibler²⁾ angegebene, von Sickel³⁾ verbesserte

alkoholische Extraktion

vorzuziehen, da sie nicht nur, richtige Ausführung vorausgesetzt, auch stets richtige, genaue und vom Volumen des Rübenmarkes unbeeinflusste Zahlen liefert, sondern auch den wesentlichen Vorteil bietet, daß man sich jederzeit davon überzeugen kann, ob alle polarisierende, lösliche Substanz wirklich ausgelaugt ist, eine Kontrolle, die bei den verschiedenen Digestionsmethoden in gleicher Weise nicht möglich erscheint.

Der zur Ausführung der alkoholischen Extraktion zumeist in Gebrauch stehende Apparat ist der von Sickel abgeänderte Soxhletsche Heberextraktionsapparat, der in Fig. 1 dargestellt und so allgemein bekannt ist, daß er einer besonderen Beschreibung an dieser Stelle nicht bedarf. Sehr zweckmäßig und in der Handhabung besonders bequem und sicher ist der Apparat in einer ihm von Herzfeld⁴⁾ gegebenen,

¹⁾ Vereinszeitschr. 1883, 206; 1884, 73.

²⁾ Neue Zeitschr. f. Rübenzuckerindustrie III, S. 242.

³⁾ Vereinszeitschr. 1879, 692.

⁴⁾ Vereinszeitschr. 1901, 334; vgl. auch Baumann, ebenda 1890, 689.

hier ebenfalls abgebildeten Gestalt (Fig. 2): 1. Zu unterst befindet sich der Extraktionskolben *A*, bestehend aus zwei fast kugelförmigen Hälften von je etwa 100 cem Inhalt; verbunden sind diese durch ein kurzes, etwa 1 cm weites Rohr, das eine Marke trägt, bis zu der die untere

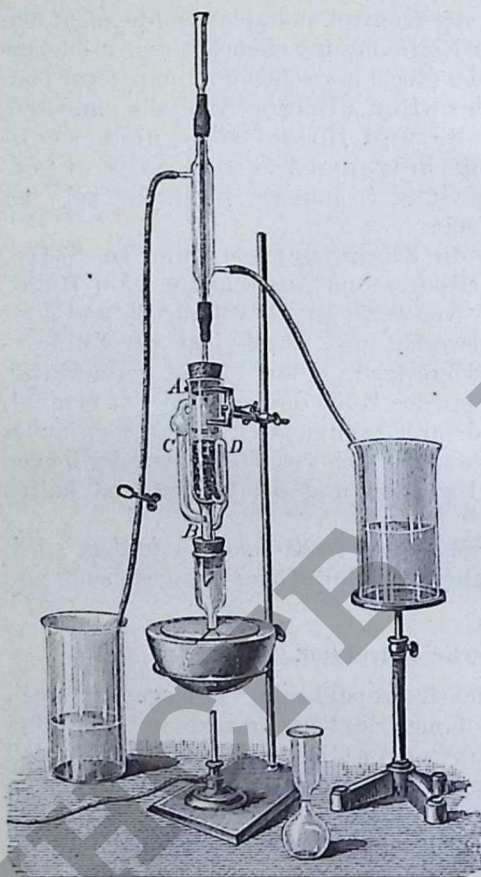


Fig. 1.

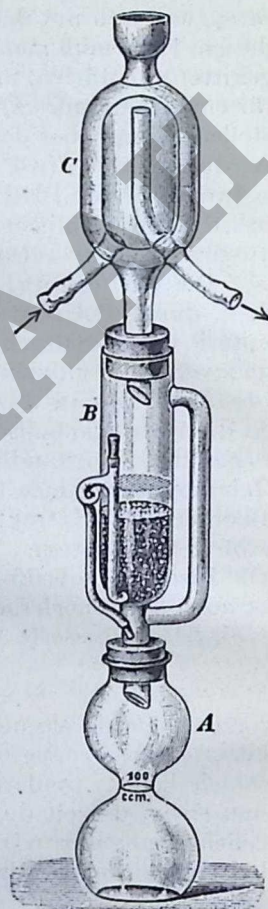


Fig. 2.

Hälfte genau 100 cem faßt (bei $t = \frac{20^0}{4^0}$). 2. Der nun folgende Extraktionsapparat *B* ist der Müllersche¹⁾, der die Entnahme von Proben der auslaufenden Flüssigkeit durch ein seitlich angebrachtes, für gewöhnlich durch einen kleinen Stopfen verschlossenes Röhrchen gestattet; vor die innere Öffnung des Heberrohres wird ein rundes Drahtnetz von

¹⁾ Zeitschr. f. angew. Chemie 5, 232; 1892.

3 cm Durchmesser gelegt. 3. Den Abschluß bildet ein Soxhletscher Glaskühler in der von Richter angefertigten (vom „Institut für Zuckerindustrie“, Berlin, Amrumer Straße, zu beziehenden) gedruckten Form. Der ganze Apparat steht in einem Wasserbade von solcher Tiefe, daß das Sieden in 4 rasch und kräftig genug erfolgt, um alle 3—4 Minuten den Heber in Tätigkeit treten zu lassen.

Von dem Rübenbrei¹⁾ werden 26 g in einer Neusilberschale mit flacher Schnauze abgewogen und in ihr sogleich²⁾ mit 3 ccm Bleiessig³⁾ und einigen ccm 90proz. Alkohol (mittels eines Glasstabes) gut verührt; dieser sofortige Bleiessigzusatz hat nicht nur den Zweck, Nichtzuckerstoffe unlöslich an Blei zu binden, sondern wirkt auch auf den Quellungszustand des Markes in günstiger Weise ein und vermindert dadurch die Extraktionsdauer. Das Gemenge spült man mit 90proz. Alkohol verlustlos in den Extraktionsapparat B, verteilt den Brei in dessen unterem Teile locker und gleichmäßig und spült den Glasstab mit Alkohol ab; die Menge des Alkohols ist so zu bemessen, daß sich schließlich in A etwa 75 ccm Flüssigkeit befinden. Man setzt nun den Apparat in Gang, nimmt nach zwei Stunden eine Probe der Auslaugflüssigkeit und prüft sie mittels der Ihlsohen⁴⁾, von Müller und Oßlmer⁵⁾ weiter ausgebildeten α -Naphtholreaktion; diese ist, gemäß den „Beschlüssen“⁶⁾ der im Dienste der Zuckerindustrie tätigen österreichisch-ungarischen öffentlichen Chemiker am besten in der Art auszuführen, daß einige Tropfen der Probeflüssigkeit mit destilliertem Wasser in einem Reagenzglas auf 2 ccm verdünnt, mit 2 Tropfen tunlichst frischebereiteter 20proz. alkoholischer α -Naphthollösung gut durchgeschüttelt und schließlich mit 10 ccm reiner, salpetersäurefreier, konzentrierter Schwefelsäure unterschichtet werden. Zeigt sich ohne weiteres Umschütteln an der Grenzschicht ein violetter Farbenring, so ist noch extrahierbarer Zucker vorhanden, und die Extraktion ist demnach weiter fortzusetzen. Sobald kein Zucker mehr nachweisbar bleibt, kühlt man den Kolben auf 20° ab, füllt ihn mit 90proz. Alkohol bis zur Marke (wobei das Innere der oberen kugelförmigen Hälfte gut abzuspülen ist) und polarisiert das Filtrat im 200-mm-Rohr. Man erhält so den Zuckergehalt der Rübe in Prozenten. Bei dieser Polarisation wie bei

¹⁾ Bei Anwendung von geschliffenem Rübenbrei mischt man diesen zweckmäßigerweise mit reinen Glasperlen, um eine möglichst gleichmäßige Verteilung des Breies zu bewirken und Bildung von Klumpen zu verhindern.

²⁾ Wiskirchen, Vereinszeitschr. 1894, S. 698.

³⁾ Der bei allen Untersuchungen zur Verwendung kommende Bleiessig wird nach den Vorschriften der Pharm. germ. ed. II bereitet. Man verwendet 3 Teile Bleiacetat, 1 Teil Bleiglätte und 10 Teile Wasser. Das Bleiacetat wird mit der Bleiglätte verrieben und unter Zusatz von $\frac{1}{20}$ der vorgeschriebenen Menge Wassers im Wasserbade geschmolzen, bis die anfänglich gelbe Mischung rötlichweiß geworden ist. Dann wird das restliche Wasser zugefügt, die Flüssigkeit in einem verschlossenen Gefäße zum Absetzen beiseite gestellt und endlich filtriert. Klare, farblose Flüssigkeit vom spez. Gewicht 1,235—1,240.

⁴⁾ Chem.-Ztg. 9, 231; 1885.

⁵⁾ Deutsche Zuckerindustrie 1892, 419.

⁶⁾ Österr.-Ungar. Zeitschr. 1897, 509; 1901, 664.

der aller alkoholischen Lösungen ist auf genaue Einhaltung der Normaltemperatur und auf Verwendung völlig klarer, nicht zur Schlierenbildung neigender Filtrate besonderer Wert zu legen; den ersten Teil des Filtrates läßt man am besten unbenutzt, da das Papier unter Umständen zu Anfang etwas Zucker absorbieren kann¹⁾.

Bei Ausführung der geschilderten Methode nimmt die vollständige Extraktion häufig unverhältnismäßig viel Zeit in Anspruch; wesentliche Verbesserungen in dieser Richtung sind Herzfeld²⁾ und Le Docte³⁾ zu verdanken.

Nach Herzfeld füllt man einen 100-cem-Kolben etwa zur Hälfte mit 26 g Brei nebst Alkohol von höchstens 90 % und 3—5 cem Bleiessig, setzt ihn (mit einem Kühlrohr versehen) 10—15 Minuten in ein Wasserbad und bringt ihn erst dann in den Fig. 2 angegebenen Extraktionsapparat; infolge dieser Vorbehandlung findet von Anfang an eine wirksame Auslaugung statt, und die Vollendung der Extraktion vollzieht sich um mehrere Stunden rascher. Ist sehr feiner Brei zu untersuchen, so verbindet man den Extraktionsapparat mit einem Aspirator, wobei dann der Alkohol stets schnell in ein lebhaftes Kochen kommt, so daß die Analyse in 2—3 Stunden vollendet ist.

Le Docte erzielt eine Verkürzung der Arbeitszeit durch Anwendung einer verbesserten Kühl- und Verteilungsvorrichtung für den Alkohol sowie ebenfalls durch Mitbenutzung eines Aspirators. Man nimmt auf 26 g Reibsel 125—150 cem Alkohol von 75 % und erhitzt, sobald der Alkohol einmal abgehebert ist, noch 25—30 Minuten; innerhalb dieser Zeit findet ein 12—15maliges Abhebern der Lösung statt, das mit Sicherheit zur Beendigung der Extraktion genügt; durch den Kühler hindurch kann man mittels eines Glasrohres jederzeit leicht Proben der Extraktionsflüssigkeit entnehmen.

Bei den verschiedenen

Digestionsmethoden

wird die Auslaugung des Zuckers direkt in einem genügend weithalsigen Meßkolben vorgenommen, und die Polarisierung des Filtrates ergibt, ev. nach Anbringung einer Korrektur für den durch das Rübenmark eingenommenen Raum⁴⁾, unmittelbar den Prozentgehalt der Rübe an Zucker. Auf vollständige Entfernung der vom Brei eingeschlossenen Luft ist hierbei natürlich sorgfältig zu achten, ebenso sind die allmählich durch zahlreiche Arbeiten festgestellten richtigen Ausführungsvorschriften⁵⁾ genauestens einzuhalten,

¹⁾ Zentralblatt f. d. Zuckerindustrie 14, 193; 1905.

²⁾ Vereinszeitschr. 59, 627; 1909.

³⁾ Sucr. Belge 38, 2; 1909.

⁴⁾ Das Mark von 26 g Rübenbrei nimmt nach Rapp den Raum von 0,6 cem ein. Man füllt entweder zu 100 cem auf und multipliziert die Polarisierung mit 0,994 oder wendet Meßkolben von 100,6 cem bzw. 201,2 cem Inhalt an (s. unten).

⁵⁾ Vgl. u. a. Kröker, Vereinszeitschr. 1894, 322; Baumann, Korrespondenzblatt 1894, Nr. 17.

da sich andernfalls mannigfache Fehlerquellen geltend machen, die schon wiederholt bald die eine, bald die andere der Digestionsmethoden in den Ruf völliger Unbrauchbarkeit brachten¹⁾.

a) Die warme alkoholische Digestion nach Rapp-Degener²⁾ ist, gemäß den Beschlüssen³⁾ der „österreichisch-ungarischen öffentlichen Chemiker“ in Anbetracht ihrer Schwierigkeiten und Unregelmäßigkeiten nur auf Verlangen, und zwar am besten, wie folgt, auszuführen:

Das doppelte Normalgewicht (52 g) Rübenbrei wird in einer Neusilberschale abgewogen und mittels Alkohol von 90—92 Vol.-Proz. verlustlos in einen auf 201,2 ccm (vgl. Anm. 4 auf S. 8) geeichten Kolben mit trichterförmig erweitertem Halse gespült. Hierauf versetzt man mit 4 ccm Bleiessig, schwenkt mehrmals um und fügt dann noch so viel 90—92proz. Alkohol bei, daß der Kolben zu etwa $\frac{1}{5}$ seines Volumens gefüllt ist. Dieser wird nun mit einem etwa 50 cm langen, unten schräg abgeschnittenen Kühlrohre von 10 mm lichter Weite versehen. Den ganzen Apparat stellt man in ein bereits vorher zum Kochen gebrachtes Wasserbad ein, und zwar so, daß er eine schräge Lage einnimmt. Nachdem der Kolbeninhalt zum Kochen gekommen ist, erhält man noch 20 Minuten in ruhigem Sieden, nimmt dann den Apparat aus dem Wasserbade, spült Kork und Kühlrohr mit Alkohol ab und füllt, ohne abzukühlen, mit Alkohol bis nahe an die Marke. Hierauf stellt man den Kolben nochmals in das heiße Wasserbad, bis Blasen im Alkohol aufsteigen beginnen, kühlt dann auf 20° C ab und füllt mit Alkohol genau bis zur Marke auf. Nach kräftigem Durchschütteln wird filtriert und im 200-mm-Rohre polarisiert⁴⁾. Man erhält so direkt die Zuckerprocente. Stehen keine auf 201,2 ccm geeichten Kolben zur Verfügung, so kann man auch 200-ccm-Kolben verwenden; in diesem Falle sind jedoch anstatt 52 g nur 51,8 g Brei zur Untersuchung abzuwägen⁵⁾.

Ist der Rübenbrei nicht sehr fein und gleichmäßig, und wird der Zusatz von Bleiessig nicht so bemessen, daß jede Ausfällung von Zucker ausgeschlossen ist, so liefert dieses Verfahren leicht um bis 1 % (und selbst darüber) zu niedrige Resultate.

b) Die von Pellet angegebene warme wäßrige Digestion führt man auf Grund der oben angegebenen „Beschlüsse“, in der Modifikation von Herles, wie folgt, aus⁶⁾:

Es wird auf je 100 ccm Kolbeninhalt das halbe Normalgewicht Brei, der auch von gröberer Beschaffenheit sein darf, abgewogen (am

¹⁾ Betreffs der alkoholischen Digestion s. z. B. Weisberg, Bull. de l'Assoc. des Chimistes 17, 237; 1899.

²⁾ Vereinszeitschr. 1882, S. 786.

³⁾ Österr.-Ungar. Zeitschr. 1897, 509; 1901, 664.

⁴⁾ In einigen Laboratorien hält man es für unerlässlich, den mit einem Stopfen verschlossenen Kolben unter häufigem Umschütteln zunächst 30 Minuten stehen zu lassen.

⁵⁾ Deutsche Zuckerindustrie 1889, 531.

⁶⁾ Österr.-Ungar. Zeitschr. 1897, 510; 1901, 664.

besten 52 g auf 400 ccm) und mit heißem Wasser, dessen Temperatur nicht unter 90° C sinken darf, in den Kolben gespült; nach Zusatz von Bleiessig (auf je 26 g 4—5 ccm) füllt man mit heißem Wasser fast bis zur Marke auf, schüttelt gut durch und läßt den Kolben ruhig stehen; nach halbstündiger Digestion wird abgekühlt, zur Marke aufgefüllt, filtriert und polarisiert. Der verdoppelte Befund, mit 0,994 multipliziert, ergibt die Zuckerprocente. Diese Multiplikation entfällt, wenn man Kolben benutzt, deren Marke so angebracht ist, daß der vom Rübenmarke eingenommene Raum von vornherein gebührend berücksichtigt erscheint.

Über Ausführungsweisen, die durch allmähliche Abänderungen der kalten wäßrigen Digestion aus letzterer Methode hervorgegangen sind, siehe im folgenden Absatz c.

Herzfeld¹⁾ empfiehlt, 26 g Brei in einer Metallschale mit 5—6 ccm Bleiessig zu verrühren, das Gemenge mit siedendem Wasser in einen 200,3-ccm-Kolben zu bringen, und unter stetem Umschwenken, sowie unter Zugabe von etwas absolutem Alkohol allmählich bis etwa 1 ccm über die Marke aufzufüllen, eine halbe Stunde im Wasserbade bei 75—80° zu digerieren, nach dem Abkühlen zur Marke einzustellen, bei feinem Brei eine halbe Stunde, bei gröberem zwei Stunden (unter öfterem Umschütteln) stehen zu lassen und erst dann zu filtrieren.

c) Als beste Modifikation der ursprünglichen kalten wäßrigen Digestion Pellets hat sich die von Fr. Sachs²⁾ vorgeschlagene bewährt, die eine praktische Verbesserung jener von Kaiser und Lewenberg³⁾ ist. Ein von Le Docte angegebener Apparat gestattet die schnelle Ausführung einer großen Anzahl von Rübenanalysen in sehr zweckmäßiger Weise. Man wägt das Normalgewicht (26 g) feinen Rübenbreies, dargestellt mittels der Apparate von Pellet (Sans Pareil)⁴⁾, Herles, oder der Keil-Dolleschen Reibe, die nicht mehr als 250 Umdrehungen machen soll⁵⁾, in einer zylinderförmigen, glattrandigen, mit flachem Boden versehenen Schale aus verzinntem Kupfer ab, setzt unter stetem Umrühren aus der eigens konstruierten Pipette 177 ccm Wasser (inkl. 5 ccm Bleiessig)⁶⁾ zu und schüttelt nach Auflegen einer passenden mit Kautschuk überzogenen und etwas eingefetteten Glasscheibe tüchtig durch, indem man die Schale mit beiden Händen anfaßt, während die beiden Daumen den Deckel festhalten. Binnen drei Minuten ist die Lösung beendet; man filtriert und polarisiert (ev. nach Zusatz von zwei Tropfen Essigsäure) im 400-mm-Rohr. Herzfeld⁷⁾ fand es jedoch vorteilhafter, zum Zwecke vollständiger Entlüftung vor der Filtration unter öfterem

¹⁾ Vereinszeitschr. 59, 627; 1909.

²⁾ Bull. Ass. Chim. 14, 377; 1896; Vereinszeitschr. 1896, S. 865.

³⁾ Deutsche Zuckerindustrie 1893, 413.

⁴⁾ Über die ganz besonderen Vorsichtsmaßregeln, die die Presse „Sans Pareil“ voraussetzt, s. Le Docte, Sucrerie Belge 39, 26; 1910.

⁵⁾ Pellet, Bull. Ass. Chim. 22, 317; 1904.

⁶⁾ Man kann auch vorher Wasser und Bleiessig im Verhältnis 30—35:1 mischen.

⁷⁾ Vereinszeitschr. 1902, 941.

Rühren und Umschütteln 30 Minuten stehen zu lassen; die Entlüftung ist besonders wichtig, wenn irgendwie veränderte, oder wenn erfrorene Rüben vorliegen, und kann dann auch, unter Benutzung einer geeigneten Leitung, mit Hilfe der Luftpumpen des Fabrikbetriebes geschehen¹⁾.

Eine Abänderung der kalten wäßrigen Digestion, die sich als besonders zeitsparend und zuverlässig bewährte und auch die Anwendung gröberen Breies gestattet, hat Herzfeld²⁾ vorgeschlagen. Zur raschen Ausführung einer größeren Anzahl Untersuchungen ist die Beschaffung einer genügenden Anzahl von Bechern aus vernickeltem Eisenblech erforderlich, deren 4 cm weiter Hals durch mit Stanniol bekleidete Korkpfropfen verschließbar ist, sowie die von Wägeschälchen oder Blechschiffchen genau gleichen Gewichts, die gerade 26 g Rübenbrei fassen und leicht in die Becher einzuführen sind. Man bringt die Schale mit 26 g Brei in den Becher, läßt aus einer entsprechend eingerichteten automatischen Bürette genau 177 ccm (das ist die von Sachs festgestellte Menge) eines Gemisches von 200 Tl. Wasser und 5 Tl. Bleiessig der Reichs-Pharmakopöe zufließen, verschließt, schüttelt kräftig durch und kann, falls feiner homogener Brei vorlag, sofort filtrieren und polarisieren. War der Brei jedoch gröber, so bringt man den locker verschlossenen Becher zunächst 30 Minuten in ein auf 75—80° vorgewärmtes Wasserbad, kühlt ihn hierauf auf Zimmertemperatur ab, schüttelt durch und polarisiert dann wie üblich. Die Ergebnisse stimmen mit denen nach Sachs-Le Docte meist überein, zuweilen aber sind sie ihnen um 0,2—0,4 % überlegen. Offenbar ist die Auslaugung in solchen Fällen eine vollständigere gewesen, und dieses bestätigt auch die in zweifelhaften Fällen stets sehr wertvolle Kontrolle durch die alkoholische Extraktion³⁾.

Gleichzeitig mit Herzfeld veröffentlichte auch Le Docte⁴⁾ eine analoge weitere Abänderung der ursprünglichen kalten wäßrigen Digestion, durch die diese allerdings den Charakter einer „kalten“ nunmehr völlig verloren hat. Man zerkleinert die Rübenschnitte mittels einer verbesserten Fleischhackmaschine (mit sehr kurzer Schnecke), behandelt den Brei wie üblich, bringt je sechs der Metallbecher, in einen entsprechend gelochten Deckel eingehängt, in ein Wasserbad, erhält sie darin 30 Minuten bei 80—85°, setzt hierauf den Deckel samt den Bechern in ein Kühlbad (auf das er ebenfalls genau paßt) und führt nach 10 Minuten die Untersuchung zu Ende. Das Verfahren läßt sich, wenn alles Nötige ein für allemal angeschafft und aufgestellt ist, rasch, bequem und sicher handhaben und ist namentlich dort sehr brauchbar, wo täglich zahl-

¹⁾ Laszewski, Zentralblatt f. d. Zuckerindustrie 1904, 283; Bull. Ass. Chim. 22, 584; 1905; s. hingegen Pellet, ebenda S. 579 und 754.

²⁾ Vereinszeitschr. 59, 627; 1909.

³⁾ An Stelle des Herzfeldschen Bechers verwenden Stanek und Urban (Zeitschr. f. Zuckerindustrie in Böhmen 34, 625; 1910) eine 500 ccm fassende gut verzinkte Miniatur-Milchversand-Kanne mit entsprechend gestaltetem Verschlussdeckel, in die man 52 g Brei einwägt und 354 ccm des Bleiessigwassers bringt.

⁴⁾ Sucr. Belge 37, 530; 563; 1909 und 38, 568; 1910 mit zahlreichen Abbildungen.

reiche Analysen auszuführen sind. Voraussetzung ist jedoch die Anwendung der neuesten, sorgfältigst gearbeiteten Apparate und Vorrichtungen, zu denen u. a. auch eine verbesserte Bürette gehört, deren Vierweghahn den Zusatz von Wasser allein, oder von wechselnden

Mischungen aus Wasser und Bleiessig ermöglicht, und zwar in variablen, aber stets kontrollierbaren Mengen und in völlig selbsttätiger Weise.

Bei richtiger und sachgemäßer Ausführung liefern die Pelletschen Methoden, namentlich aber die heiße wäßrige Digestion, gute, auch mit denen der alkoholischen Extraktion genügend übereinstimmende Ziffern, mindestens in jener großen Mehrzahl der Fälle, bei denen es sich um normale, d. h. unter günstigen Umständen gewachsene und aufbewahrte Rüben handelt;* auf unbedingtes, jeden weiteren Vergleich überflüssig machendes Zusammenfallen der Ergebnisse ist aber, wie Stift ausdrücklich hervorhebt, nicht zu rechnen¹⁾. Liegen nämlich unter abnormen Bedingungen gewachsene, geerntete oder konservierte Rüben (z. B. an Pektinstoffen sehr reiche) oder erkrankte Rüben vor (die keineswegs ohne weiteres stets von außen kenntlich sind!), so können nach Angabe verschiedener Beobachter die Ergebnisse der Pelletschen Methoden unter Umständen recht erheblich von jenen der alko-

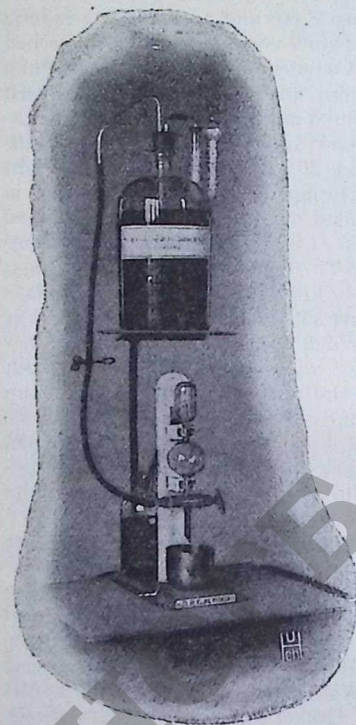


Fig. 3.

holischen Extraktion abweichen²⁾. Die regelmäßige Kontrolle mittels der Extraktion bleibt daher in allen zweifelhaften Fällen empfehlenswert, besonders dann, wenn die analytischen Resultate den Betriebsrechnungen zugrunde gelegt werden sollen.

Handelt es sich um Massenuntersuchungen von Rüben, z. B. zu Zwecken der Rübenübernahme oder der Samenzucht, so ist, falls man nicht absolut genaue Ergebnisse, sondern nur Grenzwerte fordert

¹⁾ Österr.-Ungar. Zeitschr. 29, 411; 1901.

²⁾ Siehe die Erfahrungen Strohmers, ebenda, 39, 656; 1910.

und sich daher mit richtig ermittelten Vergleichswerten begnügt, die kalte wäßrige Digestionsmethode besonders am Platze. Samenrüben darf behufs Ermittlung der Zuckergehaltes stets nur ein geringer Anteil entnommen werden (um Schädigungen ihres späteren Wachstumes auszuschließen); hierzu benutzt man die Samenrüben-Bohrmaschine von Keil und Dolle. Man verwendet $\frac{1}{4}$ des Normalgewichtes an Brei und Pipetten von 44,25 ccm Inhalt und verfährt im übrigen nach c). Die Polarisationen nimmt man zweckmäßig mittels der außerordentlich praktischen Pelletschen Durchflußröhre¹⁾ vor.

Ein zur Massenuntersuchung von Rüben sehr handlicher, von Krüger²⁾ konstruierter und von Primavesi in Magdeburg zu beziehender Apparat wird in der Praxis immer noch vielfach gebraucht, obwohl die Ergebnisse nach Krüger-Primavesi oft recht merklich hinter jenen nach Sachs-Le Docte oder nach Herzfeld zurückbleiben.

Nach Frühling³⁾ wendet man den Krügerschen Apparat (Fig. 3) am besten in nebenstehender verbesserter Gestalt an, in der die Pipette, statt der älteren, umständlichen und zerbrechlichen Armatur, nur mehr einen einzigen Glashahn besitzt, der jederzeit mit Leichtigkeit gereinigt und wieder eingesetzt werden kann. Jeder Pipette wird ein, ihrer zugehörigen Breimenge (die 5–50 g betragen kann) entsprechendes Gewichtsstück beigegeben, und bei vorschriftsgemäßem Verfahren ergibt die polarimetrische Ablesung auch hier unmittelbar den prozentischen Zuckergehalt der Rübe.

B. Bestimmung des Mark- bzw. Saftgehaltes und der Trockensubstanz.

Unter „Mark“ der Rübe versteht die Praxis die in Wasser unlöslichen festen Bestandteile des Rübenkörpers, die in getrocknetem Zustande zumeist etwa 4–5 % vom Gewichte der Rüben betragen. Man ermittelt den Markgehalt durch völliges Auslaugen von 20 g möglichst feiner Schnitte oder auch feinen Breies, die in einem Becherglase mit ca. 400 ccm Wasser übergossen und damit unter Umrühren $\frac{1}{2}$ Stunde stehen gelassen werden. Darauf saugt man die überstehende Flüssigkeit ab, am besten mittels der Wasserstrahlpumpe, indem man in das Becherglas ein unten trichterförmig erweitertes und an dieser Erweiterung (15 mm Weite) mit einem eng anschließenden Pfropfen von Klavierfilz versehenes Glasrohr eintauchen läßt. Sobald der Rückstand im Becherglase hinreichend wasserfrei erscheint, gießt man neues Wasser auf

¹⁾ Vereinszeitschr. 1891, 338; 1892, 277.

²⁾ Deutsche Zuckerindustrie 1896, 2434; verbesserte Konstruktion ebenda 1904, 1644.

³⁾ Deutsche Zuckerindustrie 1904, 1545; Apparat und Gebrauchsanweisung sind vom Laboratorium Frühling und Schulz in Braunschweig zu beziehen

und wiederholt diese Operation so oft, bis keine löslichen Stoffe mehr an das Wasser abgegeben werden. Schließlich bringt man den Rückstand auf ein vorher getrocknetes und gewogenes Filter, spült das Filzfilter vollständig ab, wäscht mit heißem Wasser, Alkohol und Äther, trocknet den Filterinhalt anfangs bei mäßiger Temperatur (50—60°), später bei 100—105°, höchstens bei 110°, wägt und verascht¹⁾. Die Asche wird von dem Gesamttrockenrückstand abgezogen und der Rest als aschenfreies Mark berechnet; die Differenz dieser Zahl gegen 100 ergibt den sog. „Saftgehalt“, dem jedoch keineswegs die große Bedeutung zukommt, die ihm gewohnheitsmäßig noch immer von vielen zugeschrieben wird. Denn da die Löslichkeit der „festen Bestandteile“ in hohem Grade von deren Natur, von der Art der auslaugenden Flüssigkeit, von der Temperatur usw. abhängt, und da ferner das Mark nicht als solches, d. h. wasserfrei, in der Rübe enthalten ist, sondern als Hydrat, so ist es offenbar, daß die Menge dessen, was man üblicherweise als „Mark“ zu bestimmen pflegt, von vielerlei Zufälligkeiten abhängt und auf die Höhe des tatsächlichen Saftgehaltes der Rübe keinerlei zuverlässigen Schluß gestattet. Zu Zwecken der Fabrikationskontrolle darf man daher nie von sog. Saftgehalte ausgehen, sondern allein vom Zuckergehalte der Rübe selbst.

Die zur Bestimmung des Wassergehaltes aller Rohstoffe und Produkte der Zuckerfabrikation benutzten Trockenschränke²⁾ müssen durch ihre Konstruktion die Gewißheit bieten, daß in ihnen tatsächlich die von dem Thermometer angezeigte Temperatur herrscht. Lufttrockenschränke mit einfachen Wandungen und direkter Erhitzung des Bodens sind ganz zu verwerfen; anwendbar sind solche mit Doppelwänden und geeigneter Luftzirkulation. Die Schälchen mit der zu trocknenden Substanz stehen auf Asbesteinlagen, um jede direkte Wärmeübertragung auszuschließen. Völlige Sicherheit gegen Überhitzung gewähren Trockenschränke, deren Innenraum durch geeignete, in der Doppelwandung zirkulierende Flüssigkeitsdämpfe oder Flüssigkeiten (Toluol, Glycerin usw.) auf der erforderlichen Temperatur gehalten wird. Besonders zu empfehlen ist der Vakuum-Dampftrockenschrank von Baumann und Horn³⁾. Ganz unentbehrlich sind Vakuumtrockenapparate dann, wenn die zu untersuchenden Produkte saurer Natur sind oder wesentliche Mengen Invertzucker enthalten, weil anderenfalls beim Erhitzen unter

¹⁾ Skärblom schlägt vor, 10 g der fein zerkleinerten Probe und 40 g kaltes Wasser mittels eines Glasstäbchens gut zu verrühren, das Gemisch auf einen (gewogenen) kleinen Glstrichter mit feinklöhigerem Platinkonus zu bringen, nachzuspülen, mit eben aufgekochtem Wasser rasch auszuwaschen, bis der untergesetzte 200-cm-Kolben gefüllt ist (wobei dann α-Naphthol keinen Zucker mehr anzeigt), das Mark vorsichtig an den Trichter anzudrücken, 20 cem 95proz. Alkohol aufzugeben und abzusaugen, und nun bis zur Gewichtskonstanz zu trocknen, was binnen 1—2 Stunden gelingt. (Vereinszeitschr. 60, 931; 1910.)

²⁾ Vgl. Soxhlet, Vereinszeitschr. 1891, S. 691. Alberti und Hempel, Deutsche Zuckerindustrie 1892, 385. Vereinszeitschr., 1892, 856. Vereinszeitschr. 1893, 130 und 445.

³⁾ Korrespondenzblatt 1894, Nr. 18.

Luftzutritt fortdauernde tiefgreifende Zersetzungen eintreten, und daher überhaupt keine Gewichtskonstanz zu erreichen ist. Steht ein Vakuum-trockenschrank nicht zur Verfügung, so trocknet man derartige Produkte am besten unter Zuhilfenahme eines indifferenten Gasstromes (Wasserstoff, evt. auch Kohlendioxyd), worüber Drenckmann¹⁾ und Geese²⁾ nähere Angaben gemacht haben, auf die verwiesen sei.

Zur Aufnahme der Substanz dienen zweckmäßig Glasschälchen oder Schalen aus Nickelmetall, etwa 7 cm weit und 2 cm hoch; für hygroskopische Produkte müssen sie einen Deckel mit übergreifendem Rande und Griffknopf besitzen.

Flüssige und halbflüssige Produkte werden, um eine Masse mit großer Oberfläche zu erhalten, am besten mit genügend großen Mengen reinen, eisenfreien, geglähten, vom Staube sorgfältig abgeseihten Quarzsandes unter Zuhilfenahme eines mitgewogenen Glasstäbchens innig vermischt, so daß das Ganze ein lockeres, unzusammenhängendes Gemenge darstellt. Dünnere Lösungen werden zunächst auf dem Wasserbade zur Sirupkonsistenz eingedampft und erst dann unter Zusatz von Sand bis zur Gewichtskonstanz getrocknet.

Zur Bestimmung der Rüben-Trockensubstanz wägt man nach Claassen 20—25 g des in der Hackmaschine gewonnenen und gut durchgemischten Breies möglichst rasch in eine flache 80-mm-Glasschale nebst Glasstab ein, breitet gut aus, trocknet bei 70° zwei Stunden vor, rührt gründlich um, zerdrückt sorgfältig, breitet wieder aus und trocknet nun in der Luftleere bei 106—108° bis zur Gewichtskonstanz, die nach etwa 8 Stunden erreicht ist; bei weiterem Trocknen (2—3 Stunden) darf die Gewichtsabnahme höchstens 10 mg betragen³⁾.

C. Bestimmung des Invertzuckers.

Bevor die Bestimmung des Invertzuckers in der Rübe beschrieben werden kann, sind zunächst die üblichen Verfahren zur Invertzuckerbestimmung in Produkten der Zuckerfabrikation überhaupt allgemein und in Kürze zu erörtern.

Die Ergebnisse der direkten Polarisation saccharosehaltiger Substanzen entsprechen bekanntlich nicht mehr dem wahren Gehalte an Rohrzucker, sobald außer diesem noch andere optisch aktive Substanzen zugegen sind. Was speziell den Invertzucker betrifft, so ist es zwar bekannt, daß 1 Teil Invertzucker die optische Wirkung von etwa 0,34 Teilen Rohrzucker aufhebt; da dieser Faktor jedoch nicht endgültig feststeht, und außerdem noch andere Bedenken obwalten⁴⁾, ist es unzulässig, eine

¹⁾ Zentralblatt für die Zuckerindustrie 1897, 1107.

²⁾ Ebenda 1904, 778.

³⁾ Vereinszeitschr. 60, 323; 1910; Skärblom (ebenda S. 931) fand ebenfalls den Zusatz von Sand entbehrlich und glaubt, daß man auch das Vortrocknen unterlassen könne, falls man im Vakuum trocknet.

⁴⁾ Vgl. Lippmann, Chemie der Zuckerarten. 1904, 1420

Korrektur derartig vorzunehmen, daß man etwa unter allen Umständen den nach irgendeiner Weise ermittelten Prozentgehalt an Invertzucker mit 0,34 multipliziert und den so erhaltenen Betrag zu dem Ergebnisse der direkten Polarisierung hinzuaddiert; es wird deshalb stets der direkt festgestellte Invertzuckergehalt für sich, also getrennt von der Polarisationsermittlung, angegeben.

Der Nachweis und die Bestimmung des Invertzuckers gründen sich in der Praxis der Zuckerfabrikation fast immer auf die Eigenschaft dieser Zuckerart, aus kochender alkalischer Kupferlösung das Kupfer in Form von rotem Kupferoxydul auszufällen. Die Reaktion zwischen Kupferlösung und Invertzucker verläuft jedoch bekanntlich nicht in stets gleichbleibender Weise, sondern zeigt sich abhängig von der Zusammensetzung der Kupferlösung, von der Konzentration der Zuckerlösung, von dem Mengenverhältnisse beider Lösungen, von der Dauer der Einwirkung, sowie auch von der ganzen Art und Weise der Versuchsanstellung. Man muß daher unbedingt zur Erzielung richtiger und vergleichbarer Resultate stets ganz bestimmte, auf Grund fundamentaler Arbeiten ermittelte Versuchsbedingungen auf das strengste innehalten.

Die qualitative Prüfung auf Invertzucker soll unter gleichen Bedingungen wie die quantitative Bestimmung angestellt werden. Ergibt sie keine oder eine nicht wägbare Ausscheidung von Kupferoxydul, so ist die Untersuchung nicht weiter zu verfolgen; anderenfalls wird sie quantitativ zu Ende geführt. Ist eine quantitative Untersuchung überhaupt nicht beabsichtigt, so genügt es, etwa 10 Tropfen einer konzentrierten Lösung des zu prüfenden Produktes im Reagenzglas mit ca. 15 ccm der Fehlingschen Lösung aufzukochen. Hierbei sind verschiedene Umstände, die Zersetzungen oder sekundäre Reaktionen bewirken und daher irreführen könnten, zu beachten¹⁾. So hat man u. a. für vollständige Mischung der Zucker- und der Kupferlösung und gleichmäßiges Anwärmen der Mischung Sorge zu tragen; ferner darf man nicht zu lange und zu stark erhitzen.

Die quantitative Bestimmung geschieht entweder gewichtsanalytisch oder maßanalytisch. Für die erstere Methode sind hinsichtlich bestimmter Mischungsverhältnisse von Rohrzucker mit Invertzucker Tabellen aufgestellt worden, aus denen die einer gefundenen Menge Kupfer entsprechende Menge Invertzucker entnommen wird.

Einen besonderen Fall der gewichtsanalytischen Invertzuckerbestimmung bildet die Bestimmung des Rohrzuckers durch Inversion und Gewichtsanalyse; diese wird namentlich dann vorgenommen, wenn erhebliche Mengen Invertzucker vorhanden sind, die die Genauigkeit der optischen Analyse stark beeinträchtigen.

Die für Invertzuckerbestimmungen anzuwendende, nach Soxhlets²⁾ Vorschrift bereitete Fehlingsche Lösung wird, wie folgt, dargestellt:

¹⁾ Vgl. Lippmann, Chemie der Zuckerarten, 1904, 1396.

²⁾ Neue Zeitschr. f. Rübenz.-Industrie 1880, 141.

I. 34,639 g krystallisierter, chemisch reiner Kupfervitriol werden mit völlig reinem, destilliertem Wasser zu 500 ccm Flüssigkeit gelöst.

II. 173 g krystallisiertes reinstes Seignettesalz werden in etwa 400 ccm völlig reinen Wassers gelöst, mit 100 ccm einer Natronlauge versetzt, die 516 g reinstes Natronhydrat im Liter enthält, und zu 500 ccm aufgefüllt.

Zum Gebrauche werden gleiche Volumina der völlig klaren Lösungen I und II gemischt. Die fertige Mischung darf höchstens einige Tage aufbewahrt werden.

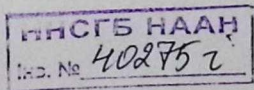
a) Die gewichtsanalytische Bestimmung geringer Mengen Invertzucker (0,05—1 %) neben Rohrzucker.

Zu diesem Zwecke hat Herzfeld¹⁾ eine Tabelle ausgearbeitet, die aus dem gefundenen Kupfergehalte direkt den prozentischen Invertzuckergehalt der Substanz ersehen läßt und die Anwendung von 10 g Substanz, zu 50 ccm gelöst, sowie eine Kochdauer von genau 2 Minuten voraussetzt. Die Zuckerlösung muß stets völlig klar sein; von reineren Produkten löst man 20 g zu 100 ccm und verwendet 50 ccm des Filtrates; in allen anderen Fällen löst man 25 g der Substanz nebst Bleiessig zu 100 ccm, entbleit 60 ccm des Filtrates mit kohlensaurem Natrium, füllt zu 75 ccm auf und benutzt 50 ccm dieses Filtrates, die 10 g Substanz enthalten, zur Analyse.

Die 50 ccm Flüssigkeit werden mit 50 ccm der aus ihren beiden Bestandteilen frisch bereiteten Fehling-Soxhletschen Lösung in einer Erlenmeyerschen Kochflasche von etwa 300 ccm Inhalt durch Umschwenken gründlich vermischt und möglichst rasch (binnen 3—4 Min.) über einem Drahtnetze, das eine Asbestpappe mit kreisförmigem Ausschnitte bedeckt, mittels eines kräftigen Dreibrenners zum Sieden erhitzt. Sowie der Augenblick des Kochens eingetreten ist, den man als erreicht ansieht, sobald die Blasen von allen Teilen der Flüssigkeit aufzusteigen beginnen, wird noch genau 2 Minuten mit der kleineren Flamme eines Einbrenners im Sieden erhalten. Sodann wird sofort mit 100 ccm kaltem, luftfreiem, destilliertem Wasser verdünnt, um die Flüssigkeit abzukühlen und so die nachträgliche Abscheidung von Kupferoxydul zu verhindern, und mittels der Luftpumpe durch ein vorher gewogenes Soxhletisches Asbestfilter abfiltriert. Dies ist ein starkwandiges Rohr aus schwer schmelzbarem Glase von etwa 2 cm Weite und 12—14 cm Länge, das an dem einen Ende etwa zur halben Weite konisch ausgezogen ist. In die Verengung bringt man einen mehrfach durchlöchernten Platinkonus und darüber eine ca. 2 cm hohe, mäßig festgestopfte Schicht reinsten, besonders präparierten²⁾ Asbestes. Der mit heißem Wasser ausgewaschene Asbest wird mit Alkohol und dann mit Äther nachgewaschen und zum Schlusse unter Durchsaugen von Luft ausgeglüht und im Exsikkator erkalten gelassen. Bereits benutzte Rohre

¹⁾ Vereinszeitschr. 1885, 967; 1886, 278; 1890, 447.

²⁾ Fresenius, Zeitschr. f. analyt. Chemie 22, 552; 1883; Vereinszeitschr. 1897, 1077.



werden durch Spülen mit einigen Tropfen rauchender Salpetersäure, Waschen mit heißem Wasser, Alkohol und Äther, Trocknen und Ausglühen wieder gebrauchsfähig gemacht; sobald ihr Gewicht nicht mehr konstant zu erhalten ist, sind sie durch neue zu ersetzen.

Soll die Filtration beginnen, so setzt man auf das an der Saugflasche befestigte Asbestrohr mittels Gummistopfens ein Trichterchen, befeuchtet zuerst mit Wasser, gießt dann die Reaktionsflüssigkeit auf und stellt hierauf die Luftpumpe an. Während der ganzen Filtrierzeit hat man dafür zu sorgen, daß die Flüssigkeit im Asbeströhrchen niemals völlig abläuft. Den eigentlichen Niederschlag bringt man zweckmäßig mit kaltem Wasser auf das Filter, weil er dann weniger anhaftet, wäscht ihn erst mit 300—400 ccm siedendem Wasser und sodann mit 20 ccm absolutem Alkohol aus, trocknet ihn im Trockenschranke bei 130 bis 200° und erhitzt schließlich diejenige Stelle des Röhrchens, an der er über dem Asbest liegt, zum schwachen Glühen, um die Oxydation des Kupferoxyduls zu Kupferoxyd zu bewirken und um zugleich auch die zuweilen vorhandenen kleinen Mengen organischer Kupferverbindungen unbekannter Natur zu zerstören. Das Rohr wird sodann mit einem Wasserstoffapparate verbunden und nun das Kupferoxyd durch langsames Erwärmen im Wasserstoffstrom bis zum schwachen Glühen zu metallischem Kupfer reduziert. Diese Reduktion ist in wenigen Minuten beendet. Sobald die in ihrem Verlaufe gebildeten Wassertropfchen verdampft sind, läßt man im Wasserstoffstrome erkalten und wägt das in einer Drahtschlinge befestigte Rohr sogleich.

Statt über Asbestfilter kann man auch hier über geeignete Papierfilter filtrieren; man wäscht zunächst mit kaltem Wasser, darauf mit 300 bis 400 ccm heißem aus, verascht und reduziert in einem mit durchbohrtem Tondeckel bedeckten Platintiegel.

Nach Andriik und Hranicka¹⁾ sowie Bruhns²⁾ soll man das im Tiegel geglühte Kupferoxyd mittels Dämpfen von Methylalkohol (oder auch von Alkohol) reduzieren. Bezüglich der Einzelheiten dieses, auch von anderen Forschern bewährt gefundenen Verfahrens³⁾ sei auf die Originalarbeiten verwiesen.

Es ist auch zulässig, die Reduktion zu metallischem Kupfer zu unterlassen und das Oxydul durch Glühen in Oxyd überzuführen und als solches zu wägen. Die Überführung in Oxyd kann im Asbeströhrchen selbst⁴⁾ geschehen, oder noch einfacher im offenen Platintiegel, nur ist es erforderlich, hierbei gewisse Vorsichtsmaßregeln⁵⁾ zu befolgen. Zur Benutzung der Tabelle I muß die gefundene Menge Kupferoxyd natürlich zunächst auf Kupfer umgerechnet werden.

Die von einigen Chemikern empfohlene unmittelbare Wägung des Kupferoxyduls ist nur angängig, wenn die Untersuchung reiner oder

¹⁾ Vereinszeitschr. 1897, 1077.

²⁾ Zentralbl. f. d. Z. 1897, 44.

³⁾ Siehe Lippmann, Chemie der Zuckerarten, 1904, 595.

⁴⁾ Farnsteiner, Vereinszeitschr. 1895, 844.

⁵⁾ Vgl. Lippmann, Chemie der Zuckerarten, 1904, 596 ff.

Tabelle I.

Zur Berechnung des Prozentgehaltes an Invertzucker bei Gegenwart von Rohrzucker aus dem gefundenen Kupfer bei Anwendung von 10 g Substanz ¹⁾.

Cu mg	Invert- zucker %	Cu mg	Invert- zucker %	Cu mg	Invert- zucker %	Cu mg	Invert- zucker %
50	0.05	120	0.40	190	0.79	260	1.19
55	0.07	125	0.43	195	0.82	265	1.21
60	0.09	130	0.45	200	0.85	270	1.24
65	0.11	135	0.48	205	0.88	275	1.27
70	0.14	140	0.51	210	0.90	280	1.30
75	0.16	145	0.53	215	0.93	285	1.33
80	0.19	150	0.56	220	0.96	290	1.36
85	0.21	155	0.59	225	0.99	295	1.38
90	0.24	160	0.62	230	1.02	300	1.41
95	0.27	165	0.65	235	1.05	305	1.44
100	0.30	170	0.68	240	1.07	310	1.47
105	0.32	175	0.71	245	1.10	315	1.50
110	0.35	180	0.74	250	1.13		
115	0.38	185	0.76	255	1.16		

Tabelle II.

Tabelle zur Berechnung des Prozentgehaltes an Invertzucker bei Gegenwart von Saccharose aus dem gefundenen Kupfer für 5g Substanz ²⁾.

Cu mg	Invert- zucker %	Cu mg	Invert- zucker %	Cu mg	Invert- zucker %	Cu mg	Invert- zucker %
(35)	(0.04)	110	0.83	185	1.65	260	2.50
40	0.09	115	0.88	190	1.70	265	2.56
45	0.14	120	0.93	195	1.76	270	2.62
50	0.19	125	0.99	200	1.82	275	2.68
55	0.25	130	1.04	205	1.87	280	2.74
60	0.30	135	1.10	210	1.93	285	2.79
65	0.35	140	1.15	215	1.98	290	2.85
70	0.40	145	1.21	220	2.04	295	2.91
75	0.45	150	1.26	225	2.10	300	2.97
80	0.51	155	1.31	230	2.16	305	3.03
85	0.56	160	1.37	235	2.21	310	3.09
90	0.61	165	1.42	240	2.27	315	3.15
95	0.66	170	1.48	245	2.33	320	3.21
100	0.72	175	1.54	250	2.39		
105	0.77	180	1.59	255	2.44		

fast reiner Zuckerslösungen in Frage kommt; bei jener unreinen Lösungen ergab nämlich dieses Verfahren (infolge Mitfällung fremder Substanzen) nach Browne³⁾ um 0,25—0,50 % zu hohe Resultate.

¹⁾ Vereinszeitschr. 1885, 1012.

²⁾ Baumann, Vereinszeitschr. 1890, 778.

³⁾ Int. Sugar Journ. 10, 537; 1908.

Es sei hier gleich darauf hingewiesen, daß manche Zuckerprodukte, besonders Sirupe und Melassen, bei Anwendung von 10 g Substanz Abscheidungen grüner Kupferverbindungen geben, wodurch die Bestimmung des Invertzuckers nach der üblichen Methode unmöglich gemacht wird. Bei diesen führt man daher die Invertzuckerbestimmung stets mit nur 5 g Substanz, zu 50 ccm gelöst, aus.¹⁾ Die Berechnung geschieht nach der Tabelle II von Baumann²⁾, während die Arbeitsweise genau nach Herzfelds Vorschrift einzuhalten ist.

b) Die gewichtsanalytische Bestimmung größerer Mengen Invertzucker neben Rohrzucker.

Zu diesem Ende hat zuerst Meißl³⁾ eine Faktorentabelle aufgestellt, die dann von Hiller⁴⁾ zwecks Bestimmung auch größerer Invertzuckermengen erweitert worden ist. Nach der ursprünglichen Vorschrift ermittelt man zunächst die Polarisation des Normalgewichtes der Substanz, die unter Bleiessigklärung zu 100 ccm Flüssigkeit gelöst ist, fällt hierauf in einem aliquoten Teile des Filtrates das überschüssige Blei durch die nötige Menge Natriumcarbonatlösung aus und füllt zu einem bestimmten Volumen auf; vom Filtrate verwendet man 50 ccm zur Invertzuckerbestimmung nach der bekannten Methode. Die Verdünnung der Lösung geschieht am besten derartig, daß die zur Invertzuckerbestimmung gelangenden 50 ccm 100–200 mg Invertzucker enthalten, demnach 200–400 mg Kupfer liefern.

Nach Schrefeld⁵⁾ bewirkt jedoch die Klärung mit Bleiessig bei invertzuckerhaltigen Lösungen (infolge Ausfällung oder Veränderung des Invertzuckers) einen unter Umständen erheblichen Rückgang des Reduktionsvermögens, der im allgemeinen mit steigendem Invertzuckergehalte und sinkender Reinheit der Substanz zunimmt; bei der Analyse unreiner Sirupe und Melassen ersetzt man daher den Bleiessig am besten durch Bleizucker.

Die „Ausführungsbestimmungen zum Zuckersteuergesetze, Anlage B“ ermöglichen eine vereinfachte, weniger Umrechnungen erfordernde Ausführung der Meißl-Hillerschen Methode, wobei jedoch auf die Bleiessigklärung verzichtet werden muß. Die anzuwendende Substanzmenge wird, wie folgt, festgestellt: Man löst 10 g des Untersuchungsmateriales zu 100 ccm, bringt in mehrere Reagenzgläser je 5 ccm Fehlingsche Lösung und verschiedene Mengen der Substanzlösung nämlich in das erste 8, in das zweite 6, in das dritte 4 und in das letzte 2 ccm, und kocht auf; dasjenige Reagensgläschen, in dem die Fehlingsche Lösung nicht mehr entfärbt wird, bestimmt die Menge der anzuwendenden Substanz. Ist dies z. B. bei 6 ccm der Substanzlösung der Fall, so wägt man zur Invertzuckersbestimmung 6 g der Substanz ab, löst in 50 ccm Wasser, versetzt, ohne vorher mit Bleiessig zu klären, mit 50 ccm Fehlingscher Lösung, kocht 2 Minuten und verfährt in bekannter Weise.

¹⁾ Vereinszeitschr. 1909, 487 (I).

²⁾ Vereinszeitschr. 1892, 825.

³⁾ Vereinszeitschr. 1883, 765.

⁴⁾ Vereinszeitschr. 1889, 734.

⁵⁾ Vereinszeitschr. 1908, 947.

Will man die Vereinfachung des Verfahrens beibehalten, auf die Bleiessigklärung jedoch nicht verzichten, so empfiehlt sich die Anwendung folgender Vorschrift: Man löst 27,5 g des Untersuchungsmaterials in Wasser, bringt die Lösung in ein 125-ccm-Kölbchen, klärt mit Bleiessig bzw. mit Bleizucker, füllt mit Wasser bis zur Marke, mischt und filtriert. Von diesem Filtrate bringt man mittels einer Pipette, je nach dem Ausfalle obiger Vorprüfung, 80, 60, 40, 20 oder 10 ccm Flüssigkeit (je 17,6, 13,2, 8,8, 4,4, 2,2 g Substanz enthaltend) in einen Meßkolben mit 100- bzw. 110-ccm-Marke, fügt Wasser bis zur ersten, Natriumcarbonatlösung (30 Teile krystallisierter Soda zu 100 Teilen Wasser gelöst) bis zur zweiten Marke hinzu, mischt und filtriert. 50 ccm dieses Filtrates (je nach stattgehabter Abmessung 8, 6, 4, 2 oder 1 g Substanz enthaltend) werden mit 50 ccm Fehlingscher Lösung in bekannter Weise 2 Minuten im Sieden erhalten und liefern hierbei eine gewisse Kupfermenge Cu.

Die Berechnung geschieht, wie folgt: Es sei P die Polarisation der Substanz und p ihre zur Invertzuckerbestimmung angewandte Menge, die Cu g Kupfer ergeben habe. Die in p g enthaltene Menge Invertzucker beträgt annähernd $= \frac{Cu}{2}$ und soll mit A bezeichnet werden.

Tabelle III.

Tabelle der bei der Bestimmung des Invertzuckers neben Rohrzucker in Rechnung zu stellenden Faktoren¹⁾. (Von E. Hiller.)

Invertzucker auf 100 Gesamt- zucker = B	Milligramm Invertzucker = A						
	200	175	150	125	100	75	50
100	56.4	55.4	54.5	53.8	53.2	53.0	53.0
90	56.3	55.3	54.4	53.8	53.2	52.9	52.9
80	56.2	55.2	54.3	53.7	53.2	52.7	52.7
70	56.1	55.1	54.2	53.7	53.2	52.6	52.6
60	55.9	55.0	54.1	53.6	53.1	52.5	52.4
50	55.7	54.9	54.0	53.5	53.1	52.3	52.2
40	55.6	54.7	53.8	53.2	52.8	52.1	51.9
30	55.5	54.5	53.5	52.9	52.5	51.9	51.6
20	55.4	54.3	53.3	52.7	52.2	51.7	51.3
10	54.6	53.6	53.1	52.6	52.1	51.6	51.2
9	54.1	53.6	52.6	52.1	51.6	51.2	50.7
8	53.6	53.1	52.1	51.6	51.2	50.7	50.3
7	53.6	53.1	52.1	51.2	50.7	50.3	49.8
6	53.1	52.6	51.6	50.7	50.3	49.8	48.9
5	52.6	52.1	51.2	50.3	49.4	48.9	48.5
4	52.1	51.2	50.7	49.8	48.9	47.7	46.9
3	50.7	50.3	49.8	48.9	47.7	46.2	45.1
2	49.9	48.9	48.5	47.3	45.8	43.3	40.0
1	47.7	47.3	46.5	45.1	43.3	41.2	38.1

¹⁾ Das Zuckersteuergesetz vom 27. Mai 1896 nebst den Ausführungsbestimmungen (Berlin 1896), S. 155. Vgl. Vereinszeitschr. 1889, 735.

Es ergibt sich dann aus der Proportion:

$$\left(A + \frac{p \times P}{100}\right) : A = 100 : B$$

für B diejenige Menge Invertzucker, die in 100 Teilen des Gemisches von Rohrzucker + Invertzucker vorhanden ist. Den prozentischen Invertzuckergehalt der Substanz findet man mit Hilfe der Formel

$$\frac{Cu}{P} \times F = \text{Proz. Invertzucker,}$$

in der p die angewandte Menge der Substanz und F einen aus der Tabelle III zu entnehmenden Faktor bedeutet. Man benutzt dabei diejenige Spalte und diejenige Zeile der Tabelle, deren Bezeichnungen den für A und B gefundenen Werten am nächsten kommen; an dem betreffenden Kreuzungspunkte findet sich der gesuchte Faktor F.

Bei sehr invertzuckerreichen Substanzen legt man statt des durch Polarisation festgestellten, besser den durch Inversion und Gewichtsanalyse (s. den folgenden Abschnitt c) ermittelten Gesamtzuckergehalt der Berechnung zugrunde.

c) Die gewichtsanalytische Inversionsmethode.

Bei Gegenwart sehr großer Mengen Invertzucker bestimmt man nach vorangegangener Inversion den Gesamtzuckergehalt als Invertzucker (invertierter Rohrzucker + ursprünglich vorhandener Invertzucker) und berechnet aus dem gefundenen Kupfer den Gesamtzucker als Rohrzucker. Den durch eine gleichzeitige besondere Bestimmung nach b) ermittelten Invertzuckergehalt der ursprünglichen Substanz rechnet man durch Verminderung um $\frac{1}{20}$ ¹⁾ auf Rohrzucker um und zieht diesen Wert von dem Gesamtzuckergehalte ab; die Differenz ergibt den Gehalt an Saccharose.

Die von Herzfeld²⁾ ausgearbeitete Tabelle IV macht bei genauer Innehaltung der Arbeitsvorschrift jede Rechnung überflüssig, indem sie den der gefundenen Kupfermenge entsprechenden Prozentgehalt an Gesamtzucker, als Rohrzucker berechnet, unmittelbar angibt.

Die Untersuchung wird, wie folgt, ausgeführt. Man bedient sich zur Überführung des Rohrzuckers in Invertzucker der Herzfeldschen Inversionsvorschrift³⁾, indem man das halbe Normalgewicht (13 g) der Substanz im 100-cm-Kölbchen mit 75 ccm Wasser löst, 5 ccm Salzsäure vom spez. Gew. 1,19 hinzufügt, in einem auf 70° C erhitzten Wasserbade unter Umschwenken auf 67° erwärmt, wozu etwa 3 Minuten erforderlich sind, noch genau 5 Minuten auf einer Temperatur von 67–70° erhält, dann sofort auf 20° C abkühlt und zu 100 ccm auffüllt. 50 ccm

¹⁾ Da 95 Gewichtsteile Rohrzucker bei der Inversion 100 Gewichtsteile Invertzucker geben, so erhält man den Gehalt an Rohrzucker, wenn man die betreffende Menge Invertzucker mit 0,95 multipliziert oder sie um den 20. Teil verkleinert.

²⁾ Vereinszeitschr. 1896, 417.

³⁾ Herzfeld, Vereinszeitschr. 1898, 699; über die Ausführung der Inversion zu polarimetrischen Zwecken s. weiter unten.

Tabelle IV.

Tabelle zur Berechnung des dem vorhandenen Invertzucker entsprechenden prozentischen Rohrzuckergehaltes aus der gefundenen Kupfermenge, bei 3 Minuten Kochdauer und Anwendung von 0,1625 g Substanz ²⁾. (Von Herzfeld.)

Kupfer mg	Rohr- zucker %	Kupfer mg	Rohr- zucker %	Kupfer mg	Rohr- zucker %	Kupfer mg	Rohr- zucker %
79	24.57	126	38.87	173	53.63	220	68.87
80	24.87	127	39.18	174	53.95	221	69.20
81	25.17	128	39.49	175	54.27	222	69.53
82	25.47	129	39.80	176	54.59	223	69.87
83	25.78	130	40.11	177	54.91	224	70.20
84	26.08	131	40.42	178	55.23	225	70.53
85	26.38	132	40.73	179	55.55	226	70.86
86	26.68	133	41.04	180	55.87	227	71.19
87	26.98	134	41.35	181	56.19	228	71.53
88	27.29	135	41.66	182	56.51	229	71.86
89	27.59	136	41.98	183	56.83	230	72.19
90	27.89	137	42.29	184	57.15	231	72.52
91	28.19	138	42.60	185	57.47	232	72.85
92	28.50	139	42.91	186	57.79	233	73.18
93	28.80	140	43.22	187	58.11	234	73.51
94	29.10	141	43.53	188	58.43	235	73.85
95	29.40	142	43.85	189	58.75	236	74.18
96	29.71	143	44.16	190	59.07	237	74.51
97	30.02	144	44.48	191	59.39	238	74.84
98	30.32	145	44.79	192	59.72	239	75.17
99	30.63	146	45.10	193	60.04	240	75.50
100	30.93	147	45.42	194	60.36	241	75.83
101	31.24	148	45.73	195	60.69	242	76.17
102	31.54	149	46.05	196	61.01	243	76.51
103	31.85	150	46.36	197	61.33	244	76.84
104	32.15	151	46.68	198	61.65	245	77.18
105	32.45	152	46.99	199	61.98	246	77.51
106	32.76	153	47.30	200	62.30	247	77.85
107	33.06	154	47.62	201	62.63	248	78.18
108	33.36	155	47.93	202	62.95	249	78.52
109	33.67	156	48.25	203	63.28	250	78.85
110	33.97	157	48.56	204	63.60	251	79.19
111	34.27	158	48.88	205	63.93	252	79.53
112	34.58	159	49.19	206	64.26	253	79.88
113	34.88	160	49.50	207	64.58	254	80.22
114	35.19	161	49.82	208	64.91	255	80.56
115	35.49	162	50.13	209	65.23	256	80.90
116	35.80	163	50.45	210	65.56	257	81.24
117	36.10	164	50.76	211	65.89	258	81.59
118	36.41	165	51.08	212	66.22	259	81.93
119	36.71	166	51.40	213	66.55	260	82.27
120	37.01	167	51.72	214	66.88	261	82.61
121	37.32	168	52.04	215	67.21	262	82.95
122	37.63	169	52.35	216	67.55	263	83.30
123	37.94	170	52.67	217	67.88	264	83.64
124	38.25	171	52.99	218	68.21	265	83.98
125	38.56	172	53.31	219	68.54	266	84.32

²⁾ Das Zuckersteuergesetz vom 27. Mai 1896 nebst den Ausführungsbestimmungen S. 152.

der gut durchgemischten und filtrierten Flüssigkeit werden mit destilliertem Wasser zu 1 L. aufgefüllt und von dieser wiederum gut durchgemischten Flüssigkeit 25 ccm (= 0,1625 g der ursprünglichen Substanz) in einen Erlenmeyerschen Kolben gebracht. Man neutralisiert dann die vorhandene freie Säure sorgfältig durch allmähliche Zugabe von 25 ccm einer Lösung, die im Liter 1,7 g wasserfreie Soda enthält, versetzt mit 50 ccm Fehling-Soxhletscher Lösung, erhitzt in bekannter Weise zum Sieden und erhält darin 3 Minuten lang. Die weitere Behandlung des ausgeschiedenen Kupferoxyduls ist genau dieselbe wie bei a).

Man habe z. B. auf diese Weise 0,162 g Cu und bei der Invertzuckerbestimmung nach b) für 4 g Substanz 0,310 g Cu gefunden. Aus Tabelle IV ergibt sich dann für Cu = 0,162 g der Gesamtzuckergehalt, als Rohrzucker gerechnet, $Z = 50,13\%$. Aus Tabelle III entnimmt man $F = 52,1$, also $I = \frac{0,310 \times 52,1}{4} = 4,04\%$ Invertzucker. Der

Gehalt an Invertzucker ist, als Rohrzucker gerechnet, in der Zahl 50,13 für den Gesamtzucker mitenthalten, also zur Berechnung der vorhandenen Saccharose, nach Verminderung um $\frac{1}{20}$, vom Gesamtzucker in Abzug zu bringen. Man hat demnach $50,13 - 3,84 = 46,29\%$ Saccharose.

Nach dieser Methode¹⁾ werden gemäß den Ausführungsbestimmungen zum Zuckersteuergesetze die Reinheiten (s. weiter unten) derjenigen Zuckerabläufe ermittelt, die mehr als 2% Invertzucker enthalten. Behördlicherseits wird indessen nicht der oben erwähnte Abzug des Invertzuckers gemacht, sondern der Gesamtzuckergehalt zur Berechnung des Reinheitsquotienten herangezogen.

d) Die maßanalytische Bestimmung des Invertzuckers.

Da das Reduktionsverhältnis der Fehling-Soxhletschen Lösung von der Konzentration abhängig und jeder gefundene Wert nur für die betreffende Konzentration gültig ist, bei der er bestimmt wurde, so muß man, um zu richtigen Resultaten zu gelangen, stets unter annähernd gleichen Konzentrationsverhältnissen arbeiten. Nach Soxhlet²⁾ erhitzt man 25 ccm der Kupfervitriollösung nebst 25 ccm der alkalischen Seignettesalzlösung in einer tiefen Porzellanschale zum Kochen und setzt von der zu untersuchenden Zuckerlösung langsam portionenweise hinzu, bis die Flüssigkeit nach 2 Minuten langem Kochen nicht mehr blau erscheint; nachdem man durch diese Vorprobe den Invertzuckergehalt der Lösung annähernd festgestellt hat, setzt man ihr so viel Wasser zu, daß sie einprozentig wird, erhitzt nun wiederum 50 ccm der unverdünnten Fehling'schen Lösung zum Kochen, fügt von der einprozentigen Lösung so viel bei, als der Menge entspricht, die beim Vorversuche völlige Entfärbung hervorbrachte, und kocht 2 Minuten lang. Dann filtriert man durch ein

¹⁾ In neuerer Zeit wird bei steuerlichen Untersuchungen eine Kochdauer von nur 2 (statt 3) Minuten verlangt; die entsprechend umgerechneten Tabellen Herzfelds s. Vereinszeitschr. 1903, 538 und 557.

²⁾ Journal f. prakt. Chemie II, 21, 227.

großes Faltenfilter und prüft das Filtrat, falls es nicht ohnehin noch deutlich blau oder grünlich gefärbt ist, auf Kupfer. Dies geschieht durch Ansäuern mit Essigsäure und Zusatz einiger Tropfen einer Lösung von gelbem Blutlaugensalz. Dunkle Rotfärbung zeigt eine größere Menge, Rosafärbung nur Spuren von Kupfer an; verändert sich aber die Farbe nicht, so war alles Kupfer reduziert und somit ein Überschuß der Zuckerlösung vorhanden. War Kupfer gegenwärtig, so nimmt man zu einem zweiten Versuche etwas mehr Zuckerlösung, war keines vorhanden, etwas weniger, und setzt diese Versuche so lange (meist fünf- bis sechsmal) fort, bis von zwei Versuchen, bei denen die Mengen der Zuckerlösungen nur um 0,1 ccm differieren, der eine ein kupferhaltiges, der andere ein kupferfreies Filtrat gibt, worauf man deren Mittelwert als Resultat zu betrachten hat. 50 ccm Fehlingscher Lösung entsprechen nach Soxhlet in einprozentiger Lösung bei 2 Minuten Kochdauer: 0,2470 g Invertzucker.

Bei der Untersuchung gefärbter Lösungen kocht man das Filtrat mit einigen Tropfen der Zuckerlösung eine Minute lang, läßt dann drei bis vier Minuten ruhig stehen, gießt die Lösung ab und wischt den Boden des Gefäßes mittels eines mit weichem Filtrierpapiere umwundenen Glasstabes aus; selbst sehr geringe Mengen Kupferoxydul färben hierbei das Papier rot. — Die Resultate dieses volumetrischen Verfahrens sind mindestens auf 0,2 % genau.

Um ganz sicher zu gehen, empfiehlt es sich, den Titer der Kupferlösung einer regelmäßigen Kontrolle zu unterwerfen, indem man sich dazu einer reinen Invertzuckerlösung von genau bekanntem Gehalte bedient. Zu diesem Zwecke invertiert man in einem 100-ccm-Kölbchen 9,5 g völlig reinen Rohrzucker nach der oben beschriebenen Herzfeldschen Inversionsvorschrift; nach dem Auffüllen bis zur Marke und gutem Durchschütteln bringt man von der nunmehr zehnprozentigen Invertzuckerlösung 20 ccm (= 2,0 g Invertzucker) mittels der Pipette in einen Literkolben, neutralisiert genau mit verdünnter Sodalösung und füllt zur Marke auf. Man hat so eine 0,2 proz. Invertzuckerlösung, mit der man in oben angegebener Weise titriert.

Auf dem unter d) angegebenen Verfahren beruht auch die Methode Claassens¹⁾ zur Bestimmung des Invertzuckergehaltes der Rüben.

110 g fein gehackte oder gemahlene Schnitzel oder Rübenbrei werden unter Zusatz von 10—15 ccm Bleiessig und 2 g gefällten kohlensauren Kalkes mit Wasser in einem $\frac{1}{2}$ -Literkolben etwa eine Stunde auf dem Wasserbade digeriert. Nach dem Abkühlen und Auffüllen bis zur Marke wird der ziemlich klare und nur ganz schwach sauer reagierende Saft abgegossen; 100 ccm davon werden mit so viel Bleiessig, als zur völligen Klärung gerade nötig ist, und mit Wasser auf 110 ccm aufgefüllt und filtriert. Von dem Filtrate werden 100 ccm mit Wasser und der zur Ausfällung des Bleies nötigen Menge Sodalösung auf

¹⁾ Deutsche Zuckerindustrie 1893, 337 und Zentralblatt für Zuckerindustrie 1896, Nr. 83.

200 ccm gebracht und wiederum filtriert; 100 ccm dieses Filtrates, die nunmehr den reduzierenden Zucker von 10 g Rüben enthalten, dienen zur Titration mit Fehlingscher Lösung. Zunächst wird der Titer der Fehlingschen Lösung in der Weise festgestellt, daß man zu 10 ccm, die zum Sieden erhitzt sind, eine in der oben angegebenen Weise hergestellte 0,2 proz. Invertzuckerlösung, bei Gegenwart von 1,5 g Rohrzucker (dem durchschnittlichen Gehalte an Rohrzucker in 10 g Rüben), bis zur völligen, durch die Prüfung mit Blutlaugensalzlösung angezeigten Reduktion in bekannter Weise hinzufießen läßt.

Zur Ausführung der Untersuchung werden die 100 ccm Flüssigkeit (s. o.) mit 10 ccm der Fehlingschen Lösung 2 Minuten im Sieden erhalten und dann mit der obigen Invertzuckerlösung titriert, bis das Filtrat bei Prüfung mit Essigsäure und gelbem Blutlaugensalz sich kupferfrei erweist. Am bequemsten bedient man sich hierzu des von der Papierfabrik Schleicher und Schüll in Düren angefertigten Tupfreaktionspapiers. Die Differenz zwischen den für die Titerstellung und für die Untersuchung verbrauchten ccm Invertzuckerlösung, mit 0,002 multipliziert, ergibt den Invertzuckergehalt von 10 g Rüben, das Zehnfache hiervon den Prozentgehalt¹⁾.

Steht die Anwesenheit quantitativ bestimmbarer Mengen Invertzucker nicht von vornherein fest, so nimmt man zunächst eine qualitative Prüfung nach Herzfelds Methode vor²⁾: Man bringt 20 ccm der zwecks Zuckerbestimmung durch Polarisation bereiteten Lösung (z. B. der Digestions-Flüssigkeit) nebst 0,5 ccm Fehlingscher Lösung in ein Reagenzglas, schüttelt gut durch, kocht zwei Minuten auf und überzeugt sich nun, ob das Filtrat noch blau gefärbt ist, und ob es, abgekühlt, mittels einiger Tropfen Sodalösung entbleit und abermals filtriert, auf Zusatz von Ferrocyankalium und Essigsäure noch die Reaktion auf Kupfer gibt; ist dies noch der Fall, so kann man annehmen, daß nur Spuren Invertzucker zugegen waren, und daß eine weitere Untersuchung unnötig ist.

D. Zuckerrübensamen.

Die für den Zuckerrübensamenhandel aufgestellten „Magdeburger Normen“³⁾ enthalten folgende Bestimmungen:

Der Rübensamen ist in guter und gesunder Beschaffenheit zu liefern und muß den folgenden Normen entsprechen.

1. 1 kg Rübensamen soll in 14 Tagen wenigstens 70 000 Keime liefern;
2. hiervon müssen in 6 Tagen wenigstens 46 000 Keime ausge trieben sein;
3. von 100 Samenknäulen müssen mindestens 75 gekeimt haben;

¹⁾ Über eine von Urban angegebene Methode, die den durch kalte Digestion gewonnenen Saft und eine alkalifreie Kupferlösung benützt, s. Zeitschr. f. Zuckerindustrie in Böhmen 34, 288; 1910.

²⁾ Deutsche Zuckerindustrie 34, 973; 1909.

³⁾ Vereinszeitschr. 1896, 531.

4. der Wassergehalt ist bis einschließlich 15 % normal; bis einschließlich 17 % Wassergehalt bleibt die Ware noch lieferbar; es ist jedoch bei über 15—17 % ein dem Gewichte des Wassers entsprechender Prozentsatz zu vergüten;
5. fremde Bestandteile sind bis einschließlich 3 % gestattet; bis einschließlich 5 % fremder Bestandteile bleibt die Ware noch lieferbar; es ist aber bei über 3—5 % ein dem Gewichte der fremden Bestandteile entsprechender Prozentsatz zu vergüten;
6. die Verletzung auch nur einer der Normen von 1 bis 5 macht die Ware zu einer nicht lieferbaren;
7. Differenzen bei Untersuchungen werden endgültig entschieden durch das Mittel zwischen einer neuen Untersuchung seitens derjenigen Station, die die bestrittene Untersuchung gemacht, und einer vom Laboratorium des Vereines für Zuckerindustrie (Berlin) oder von der Versuchsstation Bernburg vorzunehmenden Untersuchung.

Auf die Einzelheiten dieser speziell landwirtschaftlichen Untersuchungen kann jedoch an dieser Stelle nicht eingegangen werden; bemerkt sei, daß die Normen anderer Länder von den oben angeführten in verschiedenen Punkten abweichen¹⁾, und daß auch in Deutschland selbst einige dieser Vorschriften als reformbedürftig angesehen werden.

II. Rübensäfte, Dünnsäfte und die bei der Saftarbeit in Betracht kommenden Produkte.

(Absüßwässer, ausgelagte Schnitzel, Preßschlamm.)

1. Rübensaft, Dünnsaft.

Während es bei Rübensaft längst als unumstößliche Regel galt, daß er sofort nach seiner Herstellung auch zu analysieren sei, glaubte man Saftproben, insbesondere Proben von Diffusionssaft, durch Zusatz kleiner Mengen Chloroform, Formaldehyd, Schwefelkohlenstoff u. dergl., vor allem aber von Sublimat, längere Zeit hindurch unzersetzt erhalten und so zuverlässige Durchschnittsproben größerer Betriebsabschnitte auf sammeln zu können. Daß die u. a. von Courtonne²⁾ empfohlenen, ganz minimalen Mengen Sublimat (Sublimatpastillen)³⁾ nicht ausreichend seien, zeigte schon Pellet⁴⁾ und riet die Beigabe derartig zu bemessen, daß ein Rest unzersetzten Sublimates nachweisbar bleibe; die furchtbare Giftnatur des Sublimates macht indessen die

¹⁾ Die sog. „Neuen Wiener Normen“ s. im Jahr- und Adressenbuch der Zuckerfabriken Österreich-Ungarns 1909/10, 410.

²⁾ Deutsche Zuckerindustrie 1899, 1206.

³⁾ Zentralblatt f. d. Z.-I. 1896, 953.

⁴⁾ Bull. Ass. Chim. 19, 725; 1901.

Handhabung konzentrierter Lösungen keineswegs unbedenklich, auch erhöht nach Pellet z. B. 1 g Sublimat im Liter die aräometrische Anzeige schon um 2,15° Brix, und endlich ist, falls auch der Invertzuckergehalt bestimmt werden soll, die Entnahme einer zweiten, von Sublimat freien Parallelprobe erforderlich. Ferner wiesen aber Claassen¹⁾ und Herrmann²⁾ durch eine Reihe eingehender Untersuchungen nach, daß, ebenso wie die stärksten üblichen Zusätze von Sublimat (0,05 %), auch jene von Chloroform (0,5—1 %), Formaldehyd (0,1—0,35 %) und dergl. Mitteln nicht genügen, um die unter allen Umständen erforderliche völlige Haltbarkeit des Diffusionssaftes (Brühsaftes, Preßsaftes) über ganz kurze Zeit (etwa zwei Stunden) hinaus zu gewährleisten; will man also nicht zu dem ehemals üblichen Beimischen von Bleiessig zurückgreifen, von dem man Abstand nahm, weil es $\frac{1}{10}$, mindestens aber $\frac{1}{20}$ Volum betragen muß und daher eine Berücksichtigung der Volumenveränderung bedingt, so ist es allein richtig, Einzelproben zu analysieren. Man entnimmt diese (z. B. den Ablaufleitungen der Meßgefäße) in entsprechend kurzen Zwischenräumen, wobei Ablaufhähne, Ventile, Rohre usw. sorgfältigst rein zu halten und ebenso nur bestens gereinigte verschließbare Flaschen und Gefäße anzuwenden sind, und schreitet womöglich sofort, jedenfalls aber binnen 1—1½ Stunden zur Spindelung und Polarisation; die (am besten kontinuierlich erfolgende) Ansammlung einer Durchschnittsprobe zwecks Vergleich und Kontrolle der bloßen Spindelung ist, da hierbei erfahrungsgemäß binnen 4—6 Stunden keine merklichen Veränderungen eintreten, zulässig und empfehlenswert.³⁾

A. Bestimmung des spezifischen Gewichtes.

Diese erfolgt, je nach der geforderten Schnelligkeit und Genauigkeit, mit Hilfe von Aräometern, unter Anwendung von Pyknometern, oder mittels der hydrostatischen Wage von Mohr-Westphal.

Die Flüssigkeit muß vorher entluftet werden, was entweder durch zeitweiliges Stehenlassen oder schneller durch Evakuieren in einer Flasche mit Ablaufhahn geschieht. Ein praktischer Entluftungsapparat ist von Brumme⁴⁾ konstruiert worden, ein sehr brauchbarer Zylinder zum Spindeln, sog. Büretten-Zylinder, von Wohryzek⁵⁾.

Die in der Praxis der Zuckerfabrikation üblichen Aräometer sind die Saccharometer von Balling, deren Skala von diesem Forscher durch Einsenken des Instrumentes in reine Zuckerlösungen von bekannter Konzentration bestimmt und später von Brix nochmals sorgfältig fest-

¹⁾ Zentralblatt f. d. Z.-I. 11, 10, 100; 1902.

²⁾ Ebd. 12, 489, 701; 1904.

³⁾ Saft, der in sog. Weck'schen Gläsern sterilisiert wurde, hält sich beliebig lange unzersetzt.

⁴⁾ Österreichische Chemikerzeitung 1898, 314.

⁵⁾ Österr.-Ungar. Zeitschr. f. Zuckerindustrie 39, 56; 1910.

gestellt und berechnet wurde. Die geringen Differenzen dieser beiden Skalen sind für die Praxis ohne Bedeutung. Bei Untersuchung reiner Zuckerlösungen geben solche Aräometer direkt die den spezifischen Gewichten entsprechenden Gewichtsprozente Zucker an. Bei unreinen Fabrikationsprodukten sind hingegen die „Grade Brix“ natürlich nicht mit dem vorhandenen reinen Zucker gleichwertig, sondern schließen die gesamte Trockensubstanz, also auch die gelösten Nichtzuckerstoffe mit ein; da diese jedoch die Dichtigkeit der Lösungen nicht in dem nämlichen Sinne beeinflussen wie der Zucker, so ergibt in allen solchen Fällen der Saccharometer nicht den genauen, wahren Gehalt an allen gelösten Stoffen, d. i. die „wirkliche“ Trockensubstanz, sondern nur die sog. „scheinbare“ Trockensubstanz, die von der wirklichen um so mehr abweicht, je mehr Nichtzucker vorhanden ist.

Was den Zusammenhang zwischen Zuckergehalten und spezifischen Gewichten wäßriger Lösungen anbelangt, so sind die zurzeit weitaus genauesten und den höchsten Anforderungen an Zuverlässigkeit entsprechenden Untersuchungen jene von Plato, Domke und Harting, die sich ausführlich in den „Wissenschaftlichen Abhandlungen der K. Normal-Eichungs-Kommission“ (Berlin 1900) niedergelegt finden; 134, bei 14 bis 26° C ausgeführte und für $t = 15^{\circ}$ umgerechnete Hauptbestimmungen liegen zwei ausführlichen Tafeln zugrunde¹⁾, die die wahren Dichten von Zuckerlösungen mit 0,1 bis 70,9 bzw. 100 % Zuckergehalt angeben, und zwar die erste bei 15°, bezogen auf Wasser von 15°, die zweite bei 20°, bezogen auf Wasser von 4°. Die letztere Tabelle²⁾ sollte, da die Normaltemperatur von 20° C nach internationalen Beschlüssen für alle zuckeranalytischen Arbeiten vorgeschrieben ist, eigentlich bei sämtlichen Untersuchungen ausschließlich benützt werden; in Wirklichkeit hat sie aber vorerst selbst in Deutschland noch sehr wenig Eingang in die Praxis gefunden, teils weil man (angeblich der Vergleichbarkeit der Resultate wegen) mit großer Zähigkeit an den alten bei 17,5° C graduierten Meßgeräten und den zugehörigen Tafeln festhält, teils weil letztere, in für viele Zwecke erwünschter Weise, auch den Zusammenhang der spezifischen Gewichte mit den Graden nach Baumé ersichtlich machen. Angaben nach Graden Baumé werden aber für manche Handelsprodukte, z. B. Sirupe, Melassen, eingedickte Entzuckerungslaugen u. dergl., immer noch verlangt, obwohl die Skala Baumés eine rein empirische ist, und ihre Grade in keinerlei direktem Zusammenhange mit dem Zuckergehalte der Lösungen stehen; zudem unterscheidet man auch noch die „alten“ und (die richtiger berechneten, für Handelszwecke aber weniger gebräuchlichen) „neuen“ Grade Baumé.

Den herrschenden Verhältnissen und tatsächlichen Bedürfnissen Rechnung tragend, ist an dieser Stelle auf den Abdruck der Platoschen Tafel vorerst noch verzichtet worden, und es folgt nachstehend die

¹⁾ Vereinszeitschr. 1900, 982, 1005, 1107, 1123.

²⁾ Siehe Lippmann, Chemie der Zuckerarten 1904, S. 1071 ff.; siehe auch „Anweisung“ (Berlin 1910), S. 22, u. Temperatur-Korrektions-Tafel, S. 25.

derzeit noch fast allgemein gebräuchliche und geforderte, wenngleich ungenauere Tabelle V von Mateczek¹⁾ und Scheibler²⁾:

Tabelle V.

Zum Vergleich zwischen Gewichtsprozenten oder Graden nach Brix, spezifischem Gewicht, und Graden nach Baumé, für reine Zuckerlösungen von 0—95 %. (Temperatur: 17,5° C.)

Von Scheibler und Mateczek.

Gewichtsproz. Zucker oder Grade Brix	Spezi- fisches Gewicht	Grade Baumé		Gewichtsproz. Zucker oder Grade Brix	Spezi- fisches Gewicht	Grade Baumé		Gewichtsproz. Zucker oder Grade Brix	Spezi- fisches Gewicht	Grade Baumé	
		neue	alte			neue	alte			neue	alte
0.0	1.00000	0.0	0.0	3.9	1.01531	2.2	2.2	7.8	1.03105	4.4	4.3
0.1	1.00038	0.1	0.1	4.0	1.01570	2.3	2.2	7.9	1.03146	4.5	4.4
0.2	1.00077	0.1	0.1	4.1	1.01610	2.3	2.3	8.0	1.03187	4.5	4.4
0.3	1.00116	0.2	0.2	4.2	1.01650	2.4	2.3	8.1	1.03228	4.6	4.5
0.4	1.00155	0.2	0.2	4.3	1.01690	2.4	2.4	8.2	1.03270	4.6	4.6
0.5	1.00193	0.3	0.3	4.4	1.01730	2.5	2.4	8.3	1.03311	4.7	4.6
0.6	1.00232	0.3	0.3	4.5	1.01770	2.55	2.5	8.4	1.03352	4.8	4.7
0.7	1.00271	0.4	0.4	4.6	1.01810	2.6	2.6	8.5	1.03393	4.8	4.7
0.8	1.00310	0.45	0.4	4.7	1.01850	2.7	2.6	8.6	1.03434	4.9	4.8
0.9	1.00349	0.5	0.5	4.8	1.01890	2.7	2.7	8.7	1.03475	4.9	4.8
1.0	1.00388	0.6	0.55	4.9	1.01930	2.8	2.7	8.8	1.03517	5.0	4.9
1.1	1.00427	0.6	0.6	5.0	1.01970	2.8	2.8	8.9	1.03558	5.0	4.9
1.2	1.00466	0.7	0.7	5.1	1.02010	2.9	2.8	9.0	1.03599	5.1	5.0
1.3	1.00505	0.7	0.7	5.2	1.02051	2.95	2.9	9.1	1.03640	5.2	5.0
1.4	1.00544	0.8	0.8	5.3	1.02091	3.0	2.9	9.2	1.03682	5.2	5.1
1.5	1.00583	0.85	0.8	5.4	1.02131	3.1	3.0	9.3	1.03723	5.3	5.2
1.6	1.00622	0.9	0.9	5.5	1.02171	3.1	3.0	9.4	1.03765	5.3	5.2
1.7	1.00662	1.0	0.9	5.6	1.02211	3.2	3.1	9.5	1.03806	5.4	5.3
1.8	1.00701	1.0	1.0	5.7	1.02252	3.2	3.2	9.6	1.03848	5.4	5.3
1.9	1.00740	1.1	1.05	5.8	1.02292	3.3	3.2	9.7	1.03889	5.5	5.4
2.0	1.00779	1.1	1.1	5.9	1.02333	3.35	3.3	9.8	1.03931	5.55	5.4
2.1	1.00818	1.2	1.2	6.0	1.02373	3.4	3.3	9.9	1.03972	5.6	5.5
2.2	1.00858	1.2	1.2	6.1	1.02413	3.5	3.4	10.0	1.04014	5.7	5.5
2.3	1.00897	1.3	1.3	6.2	1.02454	3.5	3.4	10.1	1.04055	5.7	5.6
2.4	1.00936	1.4	1.3	6.3	1.02494	3.6	3.5	10.2	1.04097	5.8	5.7
2.5	1.00976	1.4	1.4	6.4	1.02535	3.6	3.6	10.3	1.04139	5.8	5.7
2.6	1.01015	1.5	1.4	6.5	1.02575	3.7	3.6	10.4	1.04180	5.9	5.8
2.7	1.01055	1.5	1.5	6.6	1.02616	3.7	3.7	10.5	1.04222	5.9	5.8
2.8	1.01094	1.6	1.55	6.7	1.02657	3.8	3.7	10.6	1.04264	6.0	5.9
2.9	1.01134	1.6	1.6	6.8	1.02697	3.9	3.8	10.7	1.04306	6.1	5.9
3.0	1.01173	1.7	1.7	6.9	1.02738	3.9	3.8	10.8	1.04348	6.1	6.0
3.1	1.01213	1.8	1.7	7.0	1.02779	4.0	3.9	10.9	1.04390	6.2	6.05
3.2	1.01252	1.8	1.8	7.1	1.02819	4.0	3.9	11.0	1.04431	6.2	6.1
3.3	1.01292	1.9	1.8	7.2	1.02860	4.1	4.0	11.1	1.04473	6.3	6.2
3.4	1.01332	1.9	1.9	7.3	1.02901	4.1	4.1	11.2	1.04515	6.3	6.2
3.5	1.01371	2.0	1.9	7.4	1.02942	4.2	4.1	11.3	1.04557	6.4	6.3
3.6	1.01411	2.0	2.0	7.5	1.02983	4.25	4.2	11.4	1.04599	6.5	6.3
3.7	1.01451	2.1	2.0	7.6	1.03024	4.3	4.2	11.5	1.04641	6.5	6.4
3.8	1.01491	2.2	2.1	7.7	1.03064	4.4	4.3	11.6	1.04683	6.6	6.4

¹⁾ Vereinszeitschr. 1865, 580; 1874, 827.

²⁾ Vereinszeitschr. 1870, 263; 1874, 950; 1877, 32.

Tabelle V (Fortsetzung).

Gewichtsproz. Zucker oder Grade Brix	Spezi- flaches Gewicht	Grade Baumé		Gewichtsproz. Zucker oder Grade Brix	Spezi- flaches Gewicht	Grade Baumé		Gewichtsproz. Zucker oder Grade Brix	Spezi- flaches Gewicht	Grade Baumé	
		neue	alte			neue	alte			neue	alte
11.7	1.04726	6.6	6.5	16.6	1.06827	9.4	9.2	21.5	1.09004	12.1	11.9
11.8	1.04768	6.7	6.55	16.7	1.06871	9.4	9.25	21.6	1.09049	12.1	11.95
11.9	1.04810	6.7	6.6	16.8	1.06914	9.5	9.3	21.7	1.09095	12.2	12.0
12.0	1.04852	6.8	6.7	16.9	1.06958	9.5	9.4	21.8	1.09140	12.3	12.05
12.1	1.04894	6.8	6.7	17.0	1.07002	9.6	9.4	21.9	1.09185	12.3	12.1
12.2	1.04937	6.9	6.8	17.1	1.07046	9.7	9.5	22.0	1.09231	12.4	12.2
12.3	1.04979	7.0	6.8	17.2	1.07090	9.75	9.5	22.1	1.09276	12.5	12.2
12.4	1.05021	7.0	6.9	17.3	1.07133	9.8	9.6	22.2	1.09321	12.5	12.3
12.5	1.05064	7.1	6.9	17.4	1.07177	9.8	9.6	22.3	1.09367	12.6	12.3
12.6	1.05106	7.1	7.0	17.5	1.07221	9.9	9.7	22.4	1.09412	12.6	12.4
12.7	1.05149	7.2	7.05	17.6	1.07265	9.9	9.7	22.5	1.09458	12.7	12.4
12.8	1.05191	7.2	7.1	17.7	1.07309	10.0	9.8	22.6	1.09503	12.7	12.5
12.9	1.05233	7.3	7.2	17.8	1.07353	10.0	9.9	22.7	1.09549	12.8	12.55
13.0	1.05276	7.4	7.2	17.9	1.07397	10.1	9.9	22.8	1.09595	12.85	12.6
13.1	1.05318	7.4	7.3	18.0	1.07441	10.1	10.0	22.9	1.09640	12.9	12.7
13.2	1.05361	7.5	7.3	18.1	1.07485	10.2	10.0	23.0	1.09686	13.0	12.7
13.3	1.05404	7.5	7.4	18.2	1.07530	10.3	10.1	23.1	1.09732	13.0	12.8
13.4	1.05446	7.6	7.4	18.3	1.07574	10.3	10.1	23.2	1.09777	13.1	12.8
13.5	1.05489	7.6	7.5	18.4	1.07618	10.4	10.2	23.3	1.09823	13.1	12.9
13.6	1.05532	7.7	7.5	18.5	1.07662	10.4	10.2	23.4	1.09869	13.2	12.9
13.7	1.05574	7.75	7.6	18.6	1.07706	10.5	10.3	23.5	1.09915	13.2	13.0
13.8	1.05617	7.8	7.65	18.7	1.07751	10.5	10.35	23.6	1.09961	13.3	13.0
13.9	1.05660	7.9	7.7	18.8	1.07795	10.6	10.4	23.7	1.10007	13.3	13.1
14.0	1.05703	7.9	7.8	18.9	1.07839	10.6	10.5	23.8	1.10053	13.4	13.15
14.1	1.05746	8.0	7.8	19.0	1.07884	10.7	10.5	23.9	1.10099	13.5	13.2
14.2	1.05789	8.0	7.9	19.1	1.07928	10.8	10.6	24.0	1.10145	13.5	13.3
14.3	1.05831	8.1	7.9	19.2	1.07973	10.8	10.6	24.1	1.10191	13.6	13.3
14.4	1.05874	8.1	8.0	19.3	1.08017	10.9	10.7	24.2	1.10237	13.6	13.4
14.5	1.05917	8.2	8.0	19.4	1.08062	10.9	10.7	24.3	1.10283	13.7	13.4
14.6	1.05960	8.3	8.1	19.5	1.08106	11.0	10.8	24.4	1.10329	13.7	13.5
14.7	1.06003	8.3	8.15	19.6	1.08151	11.1	10.85	24.5	1.10375	13.8	13.5
14.8	1.06047	8.4	8.2	19.7	1.08196	11.1	10.9	24.6	1.10421	13.8	13.6
14.9	1.06090	8.4	8.3	19.8	1.08240	11.2	11.0	24.7	1.10468	13.9	13.6
15.0	1.06133	8.5	8.3	19.9	1.08285	11.2	11.0	24.8	1.10514	14.0	13.7
15.1	1.06176	8.5	8.4	20.0	1.08329	11.3	11.1	24.9	1.10560	14.0	13.75
15.2	1.06219	8.55	8.4	20.1	1.08374	11.3	11.1	25.0	1.10607	14.1	13.8
15.3	1.06262	8.6	8.5	20.2	1.08419	11.4	11.2	25.1	1.10653	14.1	13.9
15.4	1.06306	8.7	8.5	20.3	1.08464	11.5	11.2	25.2	1.10700	14.2	13.9
15.5	1.06349	8.8	8.6	20.4	1.08509	11.5	11.3	25.3	1.10746	14.2	14.0
15.6	1.06392	8.8	8.65	20.5	1.08553	11.6	11.3	25.4	1.10793	14.3	14.0
15.7	1.06436	8.9	8.7	20.6	1.08599	11.6	11.4	25.5	1.10839	14.3	14.1
15.8	1.06479	8.9	8.8	20.7	1.08643	11.7	11.45	25.6	1.10886	14.4	14.1
15.9	1.06522	9.0	8.8	20.8	1.08688	11.7	11.5	25.7	1.10932	14.5	14.2
16.0	1.06566	9.0	8.9	20.9	1.08733	11.8	11.6	25.8	1.10979	14.5	14.2
16.1	1.06609	9.1	8.9	21.0	1.08778	11.8	11.6	25.9	1.11026	14.6	14.3
16.2	1.06653	9.2	9.0	21.1	1.08824	11.9	11.7	26.0	1.11072	14.6	14.35
16.3	1.06696	9.2	9.0	21.2	1.08869	11.95	11.7	26.1	1.11119	14.7	14.4
16.4	1.06740	9.3	9.1	21.3	1.08914	12.0	11.8	26.2	1.11166	14.7	14.5
16.5	1.06783	9.3	9.1	21.4	1.08959	12.0	11.8	26.3	1.11213	14.8	14.5

Tabelle V (Fortsetzung).

Gewichtsproz. Zucker oder Grade Brix	Spezi- fisches Gewicht	Grade Baumé		Gewichtsproz. Zucker oder Grade Brix	Spezi- fisches Gewicht	Grade Baumé		Gewichtsproz. Zucker oder Grade Brix	Spezi- fisches Gewicht	Grade Baumé	
		neue	alte			neue	alte			neue	alte
26.4	1.11259	14.85	14.6	31.3	1.13594	17.6	17.2	36.2	1.16011	20.25	19.9
26.5	1.11306	14.9	14.6	31.4	1.13642	17.6	17.3	36.3	1.16061	20.3	19.9
26.6	1.11353	15.0	14.7	31.5	1.13691	17.7	17.3	36.4	1.16111	20.4	20.0
26.7	1.11400	15.0	14.7	31.6	1.13740	17.7	17.4	36.5	1.16162	20.4	20.0
26.8	1.11447	15.1	14.8	31.7	1.13788	17.8	17.4	36.6	1.16212	20.5	20.1
26.9	1.11494	15.1	14.8	31.8	1.13837	17.8	17.5	36.7	1.16262	20.5	20.1
27.0	1.11541	15.2	14.9	31.9	1.13885	17.9	17.55	36.8	1.16313	20.6	20.2
27.1	1.11588	15.2	14.9	32.0	1.13934	17.95	17.6	36.9	1.16363	20.6	20.2
27.2	1.11635	15.3	15.0	32.1	1.13983	18.0	17.7	37.0	1.16413	20.7	20.3
27.3	1.11682	15.3	15.1	32.2	1.14032	18.0	17.7	37.1	1.16464	20.7	20.35
27.4	1.11729	15.4	15.1	32.3	1.14081	18.1	17.8	37.2	1.16514	20.8	20.4
27.5	1.11776	15.5	15.2	32.4	1.14129	18.2	17.8	37.3	1.16565	20.9	20.5
27.6	1.11824	15.5	15.2	32.5	1.14178	18.2	17.9	37.4	1.16616	20.9	20.5
27.7	1.11871	15.6	15.3	32.6	1.14227	18.3	17.9	37.5	1.16666	21.0	20.6
27.8	1.11918	15.6	15.3	32.7	1.14276	18.3	18.0	37.6	1.16717	21.0	20.6
27.9	1.11965	15.7	15.4	32.8	1.14325	18.4	18.0	37.7	1.16768	21.1	20.7
28.0	1.12013	15.7	15.4	32.9	1.14374	18.4	18.1	37.8	1.16818	21.1	20.7
28.1	1.12060	15.8	15.5	33.0	1.14423	18.5	18.15	37.9	1.16869	21.2	20.8
28.2	1.12107	15.8	15.55	33.1	1.14472	18.55	18.2	38.0	1.16920	21.2	20.8
28.3	1.12155	15.8	15.6	33.2	1.14521	18.6	18.25	38.1	1.16971	21.3	20.9
28.4	1.12202	16.0	15.7	33.3	1.14570	18.7	18.3	38.2	1.17022	21.35	20.9
28.5	1.12250	16.0	15.7	33.4	1.14620	18.7	18.4	38.3	1.17072	21.4	21.0
28.6	1.12297	16.1	15.9	33.5	1.14669	18.8	18.4	38.4	1.17123	21.5	21.05
28.7	1.12345	16.1	15.8	33.6	1.14718	18.8	18.5	38.5	1.17174	21.5	21.1
28.8	1.12393	16.2	15.9	33.7	1.14767	18.9	18.5	38.6	1.17225	21.6	21.15
28.9	1.12440	16.2	15.9	33.8	1.14817	18.9	18.6	38.7	1.17276	21.6	21.2
29.0	1.12488	16.3	16.0	33.9	1.14866	19.0	18.6	38.8	1.17327	21.7	21.3
29.1	1.12536	16.3	16.0	34.0	1.14915	19.05	18.7	38.9	1.17379	21.7	21.3
29.2	1.12583	16.4	16.1	34.1	1.14965	19.1	18.7	39.0	1.17430	21.8	21.4
29.3	1.12631	16.5	16.1	34.2	1.15014	19.2	18.8	39.1	1.17481	21.8	21.4
29.4	1.12679	16.5	16.2	34.3	1.15064	19.2	18.85	39.2	1.17532	21.9	21.5
29.5	1.12727	16.6	16.25	34.4	1.15113	19.3	18.9	39.3	1.17583	21.9	21.5
29.6	1.12775	16.6	16.3	34.5	1.15163	19.3	18.95	39.4	1.17635	22.0	21.6
29.7	1.12823	16.7	16.4	34.6	1.15213	19.4	19.0	39.5	1.17686	22.05	21.6
29.8	1.12871	16.7	16.4	34.7	1.15262	19.4	19.1	39.6	1.17737	22.1	21.7
29.9	1.12919	16.8	16.5	34.8	1.15312	19.5	19.1	39.7	1.17789	22.2	21.7
30.0	1.12967	16.8	16.5	34.9	1.15362	19.5	19.2	39.8	1.17840	22.2	21.8
30.1	1.13015	16.9	16.6	35.0	1.15411	19.6	19.2	39.9	1.17892	22.3	21.85
30.2	1.13063	16.95	16.6	35.1	1.15461	19.65	19.3	40.0	1.17943	22.3	21.9
30.3	1.13111	17.0	16.7	35.2	1.15511	19.7	19.3	40.1	1.17995	22.4	22.0
30.4	1.13159	17.1	16.7	35.3	1.15561	19.8	19.4	40.2	1.18046	22.4	22.0
30.5	1.13207	17.1	16.8	35.4	1.15611	19.8	19.4	40.3	1.18098	22.5	22.1
30.6	1.13255	17.2	16.85	35.5	1.15661	19.9	19.5	40.4	1.18150	22.5	22.1
30.7	1.13304	17.2	16.9	35.6	1.15710	19.9	19.55	40.5	1.18201	22.6	22.2
30.8	1.13352	17.3	17.0	35.7	1.15760	20.0	19.6	40.6	1.18253	22.6	22.2
30.9	1.13400	17.3	17.0	35.8	1.15810	20.0	19.65	40.7	1.18305	22.7	22.3
31.0	1.13449	17.4	17.1	35.9	1.15861	20.1	19.7	40.8	1.18357	22.8	22.3
31.1	1.13497	17.45	17.1	36.0	1.15911	20.1	19.8	40.9	1.18408	22.8	22.4
31.2	1.13545	17.5	17.2	36.1	1.15961	20.2	19.8	41.0	1.18460	22.9	22.4

Tabelle V (Fortsetzung).

Gewichtsproz. Zucker oder Grade Brix	Spezi- fisches Gewicht	Grade Baumé		Gewichtsproz. Zucker oder Grade Brix	Spezi- fisches Gewicht	Grade Baumé		Gewichtsproz. Zucker oder Grade Brix	Spezi- fisches Gewicht	Grade Baumé	
		neue	alte			neue	alte			neue	alte
41.1	1.18512	22.9	22.5	46.0	1.21100	25.6	25.1	50.9	1.23777	28.2	27.7
41.2	1.18564	23.0	22.5	46.1	1.21154	25.6	25.1	51.0	1.23832	28.2	27.7
41.3	1.18616	23.0	22.6	46.2	1.21208	25.7	25.2	51.1	1.23888	28.3	27.8
41.4	1.18668	23.1	22.65	46.3	1.21261	25.7	25.2	51.2	1.23943	28.35	27.8
41.5	1.18720	23.1	22.7	46.4	1.21315	25.8	25.3	51.3	1.23999	28.4	27.9
41.6	1.18772	23.2	22.75	46.5	1.21369	25.8	25.35	51.4	1.24055	28.5	27.9
41.7	1.18824	23.25	22.8	46.6	1.21423	25.9	25.4	51.5	1.24111	28.5	28.0
41.8	1.18877	23.3	22.9	46.7	1.21477	25.95	25.45	51.6	1.24166	28.6	28.0
41.9	1.18929	23.4	22.9	46.8	1.21531	26.0	25.5	51.7	1.24222	28.6	28.1
42.0	1.18981	23.4	23.0	46.9	1.21585	26.1	25.6	51.8	1.24278	28.7	28.1
42.1	1.19033	23.5	23.0	47.0	1.21639	26.1	25.6	51.9	1.24334	28.7	28.2
42.2	1.19086	23.5	23.1	47.1	1.21693	26.2	25.7	52.0	1.24390	28.8	28.2
42.3	1.19138	23.6	23.1	47.2	1.21747	26.2	25.7	52.1	1.24446	28.8	28.3
42.4	1.19190	23.6	23.2	47.3	1.21802	26.3	25.8	52.2	1.24502	28.9	28.3
42.5	1.19243	23.7	23.2	47.4	1.21856	26.3	25.8	52.3	1.24558	28.9	28.4
42.6	1.19295	23.7	23.3	47.5	1.21910	26.4	25.9	52.4	1.24614	29.0	28.4
42.7	1.19348	23.8	23.3	47.6	1.21964	26.4	25.9	52.5	1.24670	29.0	28.5
42.8	1.19400	23.8	23.4	47.7	1.22019	26.5	26.0	52.6	1.24726	29.1	28.5
42.9	1.19453	23.9	23.45	47.8	1.22073	26.5	26.0	52.7	1.24782	29.15	28.6
43.0	1.19505	23.95	23.5	47.9	1.22127	26.6	26.1	52.8	1.24839	29.2	28.65
43.1	1.19558	24.0	23.55	48.0	1.22182	26.6	26.1	52.9	1.24895	29.2	28.7
43.2	1.19611	24.1	23.6	48.1	1.22236	26.7	26.2	53.0	1.24951	29.3	28.75
43.3	1.19663	24.1	23.7	48.2	1.22291	26.75	26.2	53.1	1.25008	29.4	28.8
43.4	1.19716	24.2	23.7	48.3	1.22345	26.8	26.3	53.2	1.25064	29.4	28.85
43.5	1.19769	24.2	23.8	48.4	1.22400	26.9	26.35	53.3	1.25120	29.5	28.9
43.6	1.19822	24.3	23.8	48.5	1.22455	26.9	26.4	53.4	1.25177	29.5	28.9
43.7	1.19875	24.3	23.9	48.6	1.22509	27.0	26.45	53.5	1.25233	29.6	29.0
43.8	1.19927	24.4	23.9	48.7	1.22564	27.0	26.5	53.6	1.25290	29.6	29.1
43.9	1.19980	24.4	24.0	48.8	1.22619	27.1	26.6	53.7	1.25347	29.7	29.1
44.0	1.20033	24.5	24.0	48.9	1.22673	27.1	26.6	53.8	1.25403	29.7	29.2
44.1	1.20086	24.55	24.1	49.0	1.22728	27.2	26.7	53.9	1.25460	29.8	29.2
44.2	1.20139	24.6	24.1	49.1	1.22783	27.2	26.7	54.0	1.25517	29.8	29.3
44.3	1.20192	24.65	24.2	49.2	1.22838	27.3	26.8	54.1	1.25573	29.9	29.3
44.4	1.20245	24.7	24.2	49.3	1.22893	27.3	26.8	54.2	1.25630	29.9	29.4
44.5	1.20299	24.8	24.3	49.4	1.22948	27.4	26.9	54.3	1.25687	30.0	29.4
44.6	1.20352	24.8	24.35	49.5	1.23003	27.4	26.9	54.4	1.25744	30.05	29.5
44.7	1.20405	24.9	24.4	49.6	1.23058	27.5	27.0	54.5	1.25801	30.1	29.5
44.8	1.20458	24.9	24.45	49.7	1.23113	27.6	27.0	54.6	1.25857	30.2	29.6
44.9	1.20512	25.0	24.5	49.8	1.23168	27.6	27.1	54.7	1.25914	30.2	29.6
45.0	1.20565	25.0	24.6	49.9	1.23223	27.7	27.1	54.8	1.25971	30.3	29.7
45.1	1.20618	25.1	24.6	50.0	1.23278	27.7	27.2	54.9	1.26028	30.3	29.7
45.2	1.20672	25.1	24.7	50.1	1.23334	27.8	27.2	55.0	1.26086	30.4	29.8
45.3	1.20725	25.2	24.7	50.2	1.23389	27.8	27.3	55.1	1.26143	30.4	29.8
45.4	1.20779	25.2	24.8	50.3	1.23444	27.9	27.3	55.2	1.26200	30.5	29.9
45.5	1.20832	25.3	24.8	50.4	1.23499	27.9	27.4	55.3	1.26257	30.5	29.9
45.6	1.20886	25.4	24.9	50.5	1.23555	28.0	27.45	55.4	1.26314	30.6	30.0
45.7	1.20939	25.4	24.9	50.6	1.23610	28.0	27.5	55.5	1.26372	30.6	30.05
45.8	1.20993	25.5	25.0	50.7	1.23666	28.1	27.55	55.6	1.26429	30.7	30.1
45.9	1.21046	25.5	25.0	50.8	1.23721	28.1	27.6	55.7	1.26486	30.7	30.15

Tabelle V (Fortsetzung).

Gewichtsproz. Zucker oder Grade Brix	Spezi- fisches Gewicht	Grade Baumé		Gewichtsproz. Zucker oder Grade Brix	Spezi- fisches Gewicht	Grade Baumé		Gewichtsproz. Zucker oder Grade Brix	Spezi- fisches Gewicht	Grade Baumé	
		neue	alte			neue	alte			neue	alte
55.8	1.26544	30.8	30.2	60.7	1.29403	33.35	32.7	65.6	1.32355	35.9	35.2
55.9	1.26601	30.8	30.25	60.8	1.29462	33.4	32.8	65.7	1.32417	35.9	35.25
56.0	1.26658	30.9	30.3	60.9	1.29521	33.45	32.8	65.8	1.32478	36.0	35.3
56.1	1.26716	30.9	30.4	61.0	1.29581	33.5	32.9	65.9	1.32539	36.0	35.35
56.2	1.26773	31.0	30.4	61.1	1.29640	33.6	32.9	66.0	1.32601	36.1	35.4
56.3	1.26831	31.05	30.5	61.2	1.29700	33.6	33.0	66.1	1.32662	36.1	35.5
56.4	1.26889	31.1	30.5	61.3	1.29759	33.7	33.0	66.2	1.32724	36.2	35.5
56.5	1.26946	31.2	30.6	61.4	1.29819	33.7	33.1	66.3	1.32785	36.2	35.6
56.6	1.27004	31.2	30.6	61.5	1.29878	33.8	33.1	66.4	1.32847	36.3	35.6
56.7	1.27062	31.3	30.7	61.6	1.29938	33.8	33.2	66.5	1.32908	36.3	35.7
56.8	1.27120	31.3	30.7	61.7	1.29998	33.9	33.2	66.6	1.32970	36.4	35.7
56.9	1.27177	31.4	30.8	61.8	1.30057	33.9	33.3	66.7	1.33031	36.4	35.8
57.0	1.27235	31.4	30.8	61.9	1.30117	34.0	33.3	66.8	1.33093	36.5	35.8
57.1	1.27293	31.5	30.9	62.0	1.30177	34.0	33.4	66.9	1.33155	36.5	35.9
57.2	1.27351	31.5	30.9	62.1	1.30237	34.1	33.4	67.0	1.33217	36.6	35.9
57.3	1.27409	31.6	31.0	62.2	1.30297	34.1	33.5	67.1	1.33278	36.6	36.0
57.4	1.27466	31.6	31.0	62.3	1.30356	34.2	33.5	67.2	1.33340	36.7	36.0
57.5	1.27525	31.7	31.1	62.4	1.30416	34.2	33.6	67.3	1.33402	36.75	36.1
57.6	1.27583	31.7	31.1	62.5	1.30476	34.3	33.6	67.4	1.33464	36.8	36.1
57.7	1.27641	31.8	31.2	62.6	1.30536	34.3	33.7	67.5	1.33526	36.85	36.2
57.8	1.27699	31.8	31.2	62.7	1.30596	34.4	33.7	67.6	1.33588	36.9	36.2
57.9	1.27758	31.9	31.3	62.8	1.30657	34.4	33.8	67.7	1.33650	36.95	36.3
58.0	1.27816	31.9	31.3	62.9	1.30717	34.5	33.8	67.8	1.33712	37.0	36.3
58.1	1.27874	32.0	31.4	63.0	1.30777	34.5	33.9	67.9	1.33774	37.0	36.4
58.2	1.27932	32.0	31.4	63.1	1.30837	34.6	33.9	68.0	1.33836	37.1	36.4
58.3	1.27991	32.1	31.5	63.2	1.30897	34.6	34.0	68.1	1.33899	37.1	36.5
58.4	1.28049	32.15	31.5	63.3	1.30958	34.7	34.0	68.2	1.33961	37.2	36.5
58.5	1.28107	32.2	31.6	63.4	1.31018	34.7	34.1	68.3	1.34023	37.3	36.6
58.6	1.28166	32.3	31.6	63.5	1.31078	34.8	34.1	68.4	1.34085	37.3	36.6
58.7	1.28224	32.3	31.7	63.6	1.31139	34.85	34.2	68.5	1.34148	37.4	36.7
58.8	1.28283	32.4	31.7	63.7	1.31199	34.9	34.2	68.6	1.34210	37.4	36.7
58.9	1.28342	32.4	31.8	63.8	1.31260	34.95	34.3	68.7	1.34273	37.5	36.8
59.0	1.28400	32.5	31.85	63.9	1.31320	35.0	34.3	68.8	1.34335	37.5	36.8
59.1	1.28459	32.5	31.9	64.0	1.31381	35.1	34.4	68.9	1.34398	37.6	36.9
59.2	1.28518	32.6	31.95	64.1	1.31442	35.1	34.4	69.0	1.34460	37.6	36.9
59.3	1.28576	32.6	32.0	64.2	1.31502	35.2	34.5	69.1	1.34523	37.7	37.0
59.4	1.28635	32.7	32.05	64.3	1.31563	35.2	34.5	69.2	1.34585	37.7	37.0
59.5	1.28694	32.7	32.1	64.4	1.31624	35.3	34.6	69.3	1.34648	37.8	37.1
59.6	1.28753	32.8	32.15	64.5	1.31684	35.3	34.6	69.4	1.34711	37.8	37.1
59.7	1.28812	32.8	32.2	64.6	1.31745	35.4	34.7	69.5	1.34774	37.9	37.2
59.8	1.28871	32.9	32.3	64.7	1.31806	35.4	34.7	69.6	1.34836	37.9	37.2
59.9	1.28930	32.9	32.3	64.8	1.31867	35.5	34.8	69.7	1.34899	38.0	37.3
60.0	1.28989	33.0	32.4	64.9	1.31928	35.5	34.8	69.8	1.34962	38.0	37.3
60.1	1.29048	33.0	32.4	65.0	1.31989	35.6	34.9	69.9	1.35025	38.1	37.4
60.2	1.29107	33.1	32.5	65.1	1.32050	35.6	34.95	70.0	1.35088	38.1	37.4
60.3	1.29166	33.1	32.5	65.2	1.32111	35.7	35.0	70.1	1.35151	38.2	37.5
60.4	1.29225	33.2	32.6	65.3	1.32172	35.7	35.05	70.2	1.35214	38.2	37.5
60.5	1.29284	33.2	32.6	65.4	1.32233	35.8	35.1	70.3	1.35277	38.3	37.6
60.6	1.29343	33.3	32.7	65.5	1.32294	35.8	35.15	70.4	1.35340	38.3	37.6

Tabelle V (Fortsetzung).

Gewichtsproz. Zucker oder Grade Brix	Spezi- flisches Gewicht	Grade Baumé		Gewichtsproz. Zucker oder Grade Brix	Spezi- flisches Gewicht	Grade Baumé		Gewichtsproz. Zucker oder Grade Brix	Spezi- flisches Gewicht	Grade Baumé	
		neue	alte			neue	alte			neue	alte
70.5	1.35403	38.4	37.7	75.4	1.38547	40.8	40.1	80.3	1.41787	43.2	42.4
70.6	1.35466	38.4	37.7	75.5	1.38612	40.9	40.1	80.4	1.41854	43.3	42.5
70.7	1.35530	38.5	37.8	75.6	1.38677	40.9	40.2	80.5	1.41921	43.3	42.5
70.8	1.35593	38.5	37.8	75.7	1.38743	41.0	40.2	80.6	1.41989	43.4	42.6
70.9	1.35656	38.6	37.9	75.8	1.38808	41.0	40.3	80.7	1.42056	43.45	42.6
71.0	1.35720	38.6	37.9	75.9	1.38873	41.1	40.3	80.8	1.42123	43.5	42.7
71.1	1.35783	38.7	37.9	76.0	1.38939	41.1	40.4	80.9	1.42190	43.55	42.7
71.2	1.35847	38.7	38.0	76.1	1.39004	41.2	40.4	81.0	1.42258	43.6	42.8
71.3	1.35910	38.8	38.0	76.2	1.39070	41.2	40.5	81.1	1.42325	43.65	42.8
71.4	1.35974	38.8	38.1	76.3	1.39135	41.3	40.5	81.2	1.42393	43.7	42.9
71.5	1.36037	38.9	38.1	76.4	1.39201	41.3	40.6	81.3	1.42460	43.7	42.9
71.6	1.36101	38.9	38.2	76.5	1.39266	41.4	40.6	81.4	1.42528	43.8	43.0
71.7	1.36164	39.0	38.2	76.6	1.39332	41.4	40.7	81.5	1.42595	43.8	43.0
71.8	1.36228	39.0	38.3	76.7	1.39397	41.5	40.7	81.6	1.42663	43.9	43.1
71.9	1.36292	39.1	38.3	76.8	1.39463	41.5	40.8	81.7	1.42731	43.9	43.1
72.0	1.36355	39.1	38.4	76.9	1.39529	41.6	40.8	81.8	1.42798	44.0	43.2
72.1	1.36419	39.2	38.4	77.0	1.39595	41.6	40.8	81.9	1.42866	44.0	43.2
72.2	1.36483	39.2	38.5	77.1	1.39660	41.7	40.9	82.0	1.42934	44.1	43.2
72.3	1.36547	39.3	38.5	77.2	1.39726	41.7	40.9	82.1	1.43002	44.1	43.3
72.4	1.36611	39.3	38.6	77.3	1.39792	41.8	41.0	82.2	1.43070	44.2	43.3
72.5	1.36675	39.4	38.6	77.4	1.39858	41.8	41.0	82.3	1.43137	44.2	43.4
72.6	1.36739	39.4	38.7	77.5	1.39924	41.9	41.1	82.4	1.43205	44.3	43.4
72.7	1.36803	39.5	38.7	77.6	1.39990	41.9	41.1	82.5	1.43273	44.3	43.5
72.8	1.36867	39.5	38.8	77.7	1.40056	42.0	41.2	82.6	1.43341	44.4	43.5
72.9	1.36931	39.6	38.8	77.8	1.40122	42.0	41.2	82.7	1.43409	44.4	43.6
73.0	1.36995	39.6	38.9	77.9	1.40188	42.1	41.3	82.8	1.43478	44.5	43.6
73.1	1.37059	39.7	38.9	78.0	1.40254	42.1	41.3	82.9	1.43546	44.5	43.7
73.2	1.37124	39.7	39.0	78.1	1.40321	42.2	41.4	83.0	1.43614	44.6	43.7
73.3	1.37188	39.8	39.0	78.2	1.40387	42.2	41.4	83.1	1.43682	44.6	43.8
73.4	1.37252	39.8	39.1	78.3	1.40453	42.3	41.5	83.2	1.43750	44.7	43.8
73.5	1.37317	39.9	39.1	78.4	1.40520	42.3	41.5	83.3	1.43819	44.7	43.9
73.6	1.37381	39.9	39.2	78.5	1.40586	42.4	41.6	83.4	1.43887	44.8	43.9
73.7	1.37446	40.0	39.2	78.6	1.40652	42.4	41.6	83.5	1.43955	44.8	44.0
73.8	1.37510	40.0	39.3	78.7	1.40719	42.5	41.7	83.6	1.44024	44.9	44.0
73.9	1.37575	40.1	39.3	78.8	1.40785	42.5	41.7	83.7	1.44092	44.9	44.1
74.0	1.37639	40.1	39.4	78.9	1.40852	42.6	41.8	83.8	1.44161	45.0	44.1
74.1	1.37704	40.2	39.4	79.0	1.40918	42.6	41.8	83.9	1.44229	45.0	44.2
74.2	1.37768	40.2	39.5	79.1	1.40985	42.7	41.9	84.0	1.44298	45.1	44.2
74.3	1.37833	40.3	39.5	79.2	1.41052	42.7	41.9	84.1	1.44367	45.1	44.2
74.4	1.37898	40.3	39.6	79.3	1.41118	42.8	42.0	84.2	1.44435	45.15	44.3
74.5	1.37962	40.4	39.6	79.4	1.41185	42.8	42.0	84.3	1.44504	45.2	44.3
74.6	1.38027	40.4	39.7	79.5	1.41252	42.9	42.1	84.4	1.44573	45.25	44.4
74.7	1.38092	40.5	39.7	79.6	1.41318	43.9	42.1	84.5	1.44641	45.3	44.4
74.8	1.38157	40.5	39.8	79.7	1.41385	42.0	42.1	84.6	1.44710	45.35	44.5
74.9	1.38222	40.6	39.8	79.8	1.41452	43.0	42.2	84.7	1.44779	45.4	44.5
75.0	1.38287	40.6	39.9	79.9	1.41519	43.1	42.2	84.8	1.44848	45.4	44.6
75.1	1.38352	40.7	39.9	80.0	1.41586	43.1	42.3	84.9	1.44917	45.5	44.6
75.2	1.38417	40.7	40.0	80.1	1.41653	43.2	42.3	85.0	1.44986	45.5	44.7
75.3	1.38482	40.8	40.0	80.2	1.41720	43.2	42.4	85.1	1.45055	45.6	44.7

Tabelle V (Fortsetzung).

Gewichtsproz. Zucker oder Grade Brix	Spezi- fisches Gewicht	Grade Baumé		Gewichtsproz. Zucker oder Grade Brix	Spezi- fisches Gewicht	Grade Baumé		Gewichtsproz. Zucker oder Grade Brix	Spezi- fisches Gewicht	Grade Baumé	
		neue	alte			neue	alte			neue	alte
85.2	1.45124	45.6	44.8	88.5	1.47426	47.2	46.3	91.8	1.49771	48.8	47.8
85.3	1.45193	45.7	44.8	88.6	1.47496	47.3	46.4	91.9	1.49843	48.9	47.9
85.4	1.45262	45.7	44.9	88.7	1.47567	47.3	46.4	92.0	1.49915	48.9	47.9
85.5	1.45331	45.8	44.9	88.8	1.47637	47.4	46.5	92.1	1.49987	49.0	48.0
85.6	1.45401	45.8	45.0	88.9	1.47708	47.4	46.5	92.2	1.50058	49.0	48.0
85.7	1.45470	45.9	45.0	89.0	1.47778	47.45	46.5	92.3	1.50130	49.05	48.1
85.8	1.45539	45.9	45.0	89.1	1.40849	47.5	46.6	92.4	1.50202	49.1	48.1
85.9	1.45609	46.0	45.1	89.2	1.47920	47.55	46.6	92.5	1.50274	49.15	48.2
86.0	1.45678	46.0	45.1	89.3	1.47991	47.6	46.7	92.6	1.50346	49.2	48.2
86.1	1.45748	46.1	45.2	89.4	1.48061	47.6	46.7	92.7	1.50419	49.2	48.3
86.2	1.45817	46.1	45.2	89.5	1.48132	47.7	46.8	92.8	1.50491	49.3	48.3
86.3	1.45887	46.2	45.3	89.6	1.48203	47.7	46.8	92.9	1.50563	49.3	48.3
86.4	1.45956	46.2	45.3	89.7	1.48274	47.8	46.9	93.0	1.50635	49.4	48.4
86.5	1.46026	46.3	45.5	89.9	1.48345	47.8	46.9	93.1	1.50707	49.4	48.4
86.6	1.46095	46.3	45.4	89.9	1.48416	47.9	47.0	93.2	1.50779	49.5	48.5
86.7	1.46165	46.35	45.5	90.0	1.48486	47.9	47.0	93.3	1.50852	49.5	48.5
86.8	1.46235	46.4	45.5	90.1	1.48558	48.0	47.1	93.4	1.50924	49.6	48.6
86.9	1.46304	46.45	45.6	90.2	1.48629	48.0	47.1	93.5	1.50996	49.6	48.6
87.0	1.46374	46.5	45.6	90.3	1.48700	48.1	47.2	93.6	1.51069	49.6	48.7
87.1	1.46444	46.55	45.7	90.4	1.48771	48.1	47.2	93.7	1.51141	49.7	48.7
87.2	1.46514	46.6	45.7	90.5	1.48842	48.2	47.2	93.8	1.51214	49.7	48.8
87.3	1.46584	46.65	45.8	90.6	1.48913	48.2	47.3	93.9	1.51286	49.8	48.8
87.4	1.46654	46.7	45.8	90.7	1.48985	48.3	47.3	94.0	1.51359	49.8	48.8
87.5	1.46724	46.7	45.8	90.8	1.49056	48.35	47.4	94.1	1.51431	49.85	48.9
87.6	1.46794	46.8	45.9	90.9	1.49127	48.4	47.4	94.2	1.51504	49.9	48.9
87.7	1.46864	46.8	45.9	91.0	1.49199	48.45	47.5	94.3	1.51577	49.9	49.0
87.8	1.46934	46.9	46.0	91.1	1.49270	48.5	47.5	94.4	1.51649	50.0	49.0
87.9	1.47004	46.9	46.0	91.2	1.49342	48.5	47.6	94.5	1.51722	50.0	49.1
88.0	1.47074	47.0	46.1	91.3	1.49413	48.6	47.6	94.6	1.51795	50.1	49.1
88.1	1.47145	47.0	46.1	91.4	1.49485	48.6	47.7	94.7	1.51868	50.1	49.2
88.2	1.47215	47.1	46.2	91.5	1.49556	48.7	47.7	94.8	1.51941	50.2	49.2
88.3	1.47285	47.1	46.2	91.6	1.49628	48.7	47.8	94.9	1.52014	50.2	49.3
88.4	1.47356	47.2	46.3	91.7	1.49700	48.8	47.8	95.0	1.52087	50.3	49.3

Gelangen Zuckerlösungen bei anderer als der Normaltemperatur zur Untersuchung, wie dies in der Praxis (zwecks Ersparung des langwierigen Abkühlens auf 20° oder 17,5°) sehr oft der Fall ist, so sind die Veränderungen des Volumens in Berücksichtigung zu ziehen. Auch diese Aufgabe haben Plato und seine Mitarbeiter auf das gründlichste und mit äußerster Genauigkeit gelöst (a. a. O.), und die von ihnen aufgestellte Haupttabelle¹⁾ läßt unmittelbar die auf Wasser von 15° C bezogenen Dichten der Zuckerlösungen von 0,1—70 % Gehalt bei Temperaturen von 0—60° C ersehen. Aber auch diese Tafel steht bisher in

¹⁾ Vereinszeitschr. 1900, S. 1110; 1903, S. 526; siehe Lippmann, Chemie der Zuckerarten, 1904, S. 1077 ff.

den Fabriklaboratorien nicht in Gebrauch, vielmehr korrigiert man die Angaben des Saccharometers entweder gemäß Scheiblers Tabellen („Die Gehaltsermittlung der Zuckerlösungen durch Bestimmung des spezifischen Gewichtes derselben“, Berlin 1891) oder, da diese ursprünglich eine Normaltemperatur von nur 15° C voraussetzen, meist nach der Stammer-Sachsschen Tabelle VI; diese bezieht sich auf die Temperatur $t = 17,5^{\circ}$, doch hat sie Sachs neuerdings auch für $t = 20^{\circ}$ umgerechnet¹⁾.

Tabelle VI.

Umrechnungstabelle der Saccharometerangaben bei verschiedenen Temperaturen auf solche bei 17,5° C. (Von Sachs.)

Temp. nach Celsius	Grade Brix der Lösung												
	0	5	10	15	20	25	30	35	40	50	60	70	75
	Der abgelesene Betrag ist zu verkleinern um:												
0°	0.27	0.30	0.41	0.52	0.62	0.72	0.82	0.92	0.98	1.11	1.22	1.25	1.29
5	0.23	0.30	0.37	0.44	0.52	0.59	0.65	0.72	0.75	0.80	0.88	0.91	0.94
10	0.20	0.26	0.29	0.33	0.36	0.39	0.42	0.45	0.48	0.50	0.54	0.58	0.61
11	0.18	0.23	0.26	0.28	0.31	0.34	0.36	0.39	0.41	0.43	0.47	0.50	0.53
12	0.16	0.20	0.22	0.24	0.26	0.29	0.31	0.33	0.34	0.36	0.40	0.42	0.46
13	0.14	0.18	0.19	0.21	0.22	0.24	0.26	0.27	0.28	0.29	0.33	0.35	0.39
14	0.12	0.15	0.16	0.17	0.18	0.19	0.21	0.22	0.22	0.23	0.26	0.28	0.32
15	0.09	0.11	0.12	0.14	0.14	0.15	0.16	0.17	0.16	0.17	0.19	0.21	0.25
16	0.06	0.07	0.08	0.09	0.10	0.10	0.11	0.12	0.12	0.12	0.14	0.16	0.18
17	0.02	0.02	0.03	0.03	0.03	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.05	0.05	0.06
	Der abgelesene Betrag ist zu vergrößern um:												
18	0.02	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.02
19	0.06	0.08	0.08	0.09	0.09	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.08	0.06
20	0.11	0.14	0.15	0.17	0.17	0.18	0.18	0.18	0.19	0.19	0.18	0.15	0.11
21	0.16	0.20	0.22	0.24	0.24	0.25	0.25	0.25	0.26	0.26	0.25	0.22	0.18
22	0.21	0.26	0.29	0.31	0.31	0.32	0.32	0.32	0.33	0.34	0.32	0.29	0.25
23	0.27	0.32	0.35	0.37	0.38	0.39	0.39	0.39	0.40	0.42	0.39	0.36	0.33
24	0.32	0.38	0.41	0.43	0.44	0.46	0.46	0.47	0.47	0.50	0.46	0.43	0.40
25	0.37	0.44	0.47	0.49	0.51	0.53	0.54	0.55	0.55	0.58	0.54	0.51	0.48
26	0.43	0.50	0.54	0.56	0.58	0.60	0.61	0.62	0.62	0.66	0.62	0.58	0.55
27	0.49	0.57	0.61	0.63	0.65	0.68	0.68	0.69	0.70	0.74	0.70	0.65	0.62
28	0.56	0.64	0.68	0.70	0.72	0.76	0.76	0.78	0.78	0.82	0.78	0.72	0.70
29	0.63	0.71	0.75	0.78	0.79	0.84	0.84	0.86	0.86	0.90	0.86	0.80	0.78
30	0.70	0.78	0.82	0.87	0.87	0.92	0.92	0.94	0.94	0.98	0.94	0.88	0.86
35	1.10	1.17	1.22	1.24	1.30	1.32	1.33	1.35	1.36	1.39	1.34	1.27	1.25
40	1.50	1.61	1.67	1.71	1.73	1.79	1.79	1.80	1.82	1.83	1.78	1.69	1.65
50	—	2.65	2.71	2.74	2.78	2.80	2.80	2.80	2.80	2.79	2.70	2.56	2.51
60	—	3.87	3.88	3.88	3.88	3.88	3.88	3.88	3.90	3.82	3.70	3.43	3.41
70	—	5.17	5.18	5.20	5.14	5.13	5.10	5.08	5.06	4.90	4.72	4.47	4.35
80	—	—	6.62	6.59	6.54	6.46	6.38	6.30	6.26	6.06	5.82	5.50	5.33
90	—	—	8.26	8.16	8.06	7.97	7.83	7.71	7.58	7.30	6.96	6.58	6.37
100	—	—	10.01	9.87	9.72	9.56	9.39	9.21	9.03	8.64	8.22	7.76	7.42

¹⁾ Lippmann, Chemie der Zuckerarten, 1904, S. 1075; vgl. die Umrechnungstafel für bei 0—80° abgelesenen Grade Balling (Brix) auf solche für 20° C in der „Anweisung“ (Berlin 1910), S. 25.

Der Gebrauch auch dieser Tabelle wird jedoch durch Anwendung der Volquartzschen Spindel mit Korrektionsskala¹⁾ entbehrlich gemacht. Hier ist die Anordnung in der Weise getroffen, daß der Quecksilberfaden des Korrektionsthermometers der Spindel nicht die Temperaturgrade selbst angibt, die bei den meisten Betriebsuntersuchungen ohne Interesse sind, sondern gleich die ihnen entsprechenden Korrektionsgrade, um die also die Anzeige der Spindel zur Rückführung auf die Normaldichte vermehrt oder vermindert werden muß. Ähnliche Zwecke verfolgt die Spindel mit beweglicher Skala von Vosátka²⁾.

Eine sehr genaue Methode zur Bestimmung des spezifischen Gewichtes von Zuckerlösungen, die namentlich mit Vorteil anzuwenden ist, wenn nur geringe Mengen Material zur Verfügung stehen, beruht auf dem Gebrauche von Pyknometern; sie setzt jedoch das genaue Innehalten einer bestimmten Temperatur sowie sehr sorgfältige Wägungen voraus und bietet deshalb, besonders für Massenanalysen, mancherlei Schwierigkeiten. Im allgemeinen bedient man sich eines tarierten 50-cm-Kölbchens, das mit der zu untersuchenden Flüssigkeit genau bis zur Marke gefüllt wird (Temp. 17,5° oder 20° C); das Gewicht der Flüssigkeit in Gramm, durch 50 dividiert, ergibt dann unmittelbar deren spezifisches Gewicht. Für sehr genaue Bestimmungen und besondere Fälle, z. B. für die Untersuchung des spezifischen Gewichtes von Melassen, dienen Pyknometer anderer Art, die an betreffender Stelle beschrieben werden sollen.

Über die Anwendung der allbekannten Mohr-Westphalschen Wage in ihren verschiedenen Formen auf die Analyse von Zuckerlösungen ist Besonderes nicht zu erwähnen.

B. Die Bestimmung des Zuckergehaltes.

1. Gewichtsmethode. Man wägt 26 g des (wenn erforderlich, mit Essigsäure neutralisierten) Saftes in der Tarieschale, spült verlustlos in ein 100-cm-Kölbchen und fügt Bleiessig³⁾ hinzu. Dieser Zusatz von Bleiessig bezweckt nicht nur eine Klärung der Lösung, sondern auch eine Ausfällung optisch aktiver Nichtzuckerstoffe⁴⁾. Im allgemeinen ist der Zusatz dieses Klärmittels so zu bemessen, daß kein merklicher Überschuß vorhanden bleibt; sobald also eine Probe der betreffenden Lösung mit einem weiteren Tropfen Bleiessig keine Fällung mehr ergibt, ist genügend Bleiessig zugesetzt worden; häufig kann schon der Eintritt schwach alkalischer Reaktion als Kennzeichen hierfür dienen. Nach Zusatz des Bleiessigs füllt man bis zur Marke auf, mischt, filtriert⁵⁾ und polarisiert.

¹⁾ Vereinszeitschr. 1896, 392.

²⁾ Zeitschr. f. Zuckerindustrie in Böhmen 27, 689; 1903.

³⁾ Zubereitung, wie oben angegeben.

⁴⁾ Vgl. Claassen, Vereinszeitschr. 1890, 380 u. 385.

⁵⁾ Bei Rübensäften u. dgl. läßt man die durchgemischte Flüssigkeit 10–15 Minuten stehen, ehe man filtriert.

2. Maßmethode. 100 ccm Saft werden in einem Kölbchen, an dessen Hals sich eine Marke für 100 ccm und eine solche für 110 ccm befindet, genau bis zur zweiten Marke mit Bleiessig versetzt, worauf man durchschüttelt und filtriert¹⁾. Die bei der Polarisation des Filtrates im 200-mm-Rohr gefundene Zahl muß um $\frac{1}{10}$ vergrößert und mit 0,26 multipliziert werden. Man erhält so Volumprozent Zucker, deren Betrag, durch das spezifische Gewicht dividiert, die Gewichtsprozent Zucker ergibt.

Für den Fabrikbetrieb hat Schmitz²⁾ besondere Hilfstabellen berechnet, aus denen, unter gleichzeitiger Hinzuziehung der bezüglichen spezifischen Gewichte, der Zuckergehalt ohne weiteres in Gewichtsprozenten ersehen werden kann.

Seine Tabelle VII gilt für die Maßmethode, unter Berücksichtigung der Klärung mit $\frac{1}{10}$ Volumen Bleiessig und des für verschiedene Konzentrationen verschiedenen optischen Drehungsvermögens des Rohrzuckers.

Die Bestimmung des spezifischen Gewichtes läßt sich mit der Zuckerbestimmung nach der Maßmethode am einfachsten vereinigen, indem man das Kölbchen vor und nach dem Füllen mit 100 ccm Saft genau wägt.

Österreichische Fabriken bedienen sich häufig einer von Neumann³⁾ aufgestellten kurzen Tabelle VIII, aus der die Zuckermengen zu ersehen sind, die den abgelesenen Polarisationsgraden entsprechen; als durchschnittliche Saftreinheit (s. hierüber weiter unten) ist 90 zugrunde gelegt, welche Zahl den heutigen Verhältnissen besser entspricht als die Ziffer 83 von Schmitz; die Ermittlung des spezifischen Gewichtes ist nicht erforderlich. Die Ergebnisse fallen meist um 0,1 % (und auch darüber) höher aus als die nach Schmitz und besitzen ausreichende Genauigkeit.

C. Die Bestimmung des Wasser- und Nichtzuckergehaltes; Reinheitsquotient.

Die Brixsche Spindel gibt, wie schon erwähnt, nur die „scheinbare“ Trockensubstanz an. Zur Ermittlung der „wirklichen“ Trockensubstanz ist es erforderlich, den Gehalt des Saftes an Wasser direkt zu bestimmen.

Handelt es sich um Diffusionssaft u. dgl., so mischt man nach Claassen⁴⁾ 12–15 g in einer Glasschale mit 80 g Sand gründlich durch, trocknet bei 70° zwei Stunden vor und vollendet die Trocknung in der Luftleere bei 103–105°, was 5–6 Stunden in Anspruch zu nehmen

¹⁾ Bei Rübensäften u. dgl. läßt man die durchgemischte Flüssigkeit 10–15 Minuten stehen, ehe man filtriert.

²⁾ Vereinszeitschr. 1880, 899.

³⁾ Zeitschr. f. Zuckerindustrie in Böhmen 28, 165; 1903.

⁴⁾ Vereinszeitschr. 60, 323; 1910.

Tabelle
Tafel von

für das Soleil-Scheiblersche Polarisations-Instrument für beobachtete Dichtigkeiten
Mit $\frac{1}{10}$ Bleiessig-Zusatz ¹⁾.

Proz. Brix von 0.5 bis 12.0		Grade am Polarimeter	Prozente Brix und entsprechendes spez. Gewicht									
Zehntel Grade	Proz. Zucker		0.5 1.0019	1.0 1.0039	1.5 1.0058	2.0 1.0078	2.5 1.0098	3.0 1.0117	3.5 1.0137	4.0 1.0157	4.5 1.0177	5.0 1.0197
0.1°	0.03	1°	0.29	0.29	0.29	0.28	0.28	0.28	0.28	0.28	0.28	0.28
0.2	0.06	2		0.57	0.57	0.57	0.57	0.56	0.56	0.56	0.56	0.56
0.3	0.08	3		0.85	0.85	0.85	0.85	0.85	0.85	0.84	0.84	0.84
0.4	0.11	4			1.14	1.13	1.13	1.13	1.13	1.13	1.12	1.12
0.5	0.14	5			1.42	1.42	1.41	1.41	1.41	1.41	1.40	1.40
0.6	0.17	6				1.70	1.70	1.69	1.69	1.69	1.68	1.68
0.7	0.19	7				1.98	1.98	1.98	1.97	1.97	1.96	1.96
0.8	0.22	8					2.26	2.26	2.26	2.25	2.25	2.24
0.9	0.25	9						2.54	2.54	2.53	2.53	2.52
		10						2.82	2.82	2.81	2.81	2.80
		11							3.10	3.09	3.09	3.08
		12							3.38	3.38	3.37	3.36
		13								3.66	3.65	3.64
		14								3.94	3.93	3.92
		15									4.21	4.20
		16									4.49	4.48
		17										4.77
		18										
		19										
		20										
0.1°	0.03	21										
0.2	0.06	22										
0.3	0.08	23										
0.4	0.11	24										
0.5	0.14	25										
0.6	0.17	26										
0.7	0.19	27										
0.8	0.22	28										
0.9	0.25	29										
		30										
		31										
		32										
		33										
		34										
		35										
		36										
		37										
		38										
		39										

¹⁾ Vereinszeitschr. 1880, 899 und 900.

VII.

M. Schmitz.

und mit Berücksichtigung des veränderlichen spez. Drehungsvermögens des Zuckers.

Mit $\frac{1}{10}$ Bleiessig-Zusatz.

[illegible]

Mit $\frac{1}{10}$ Bleiessig-Zusatz.

Proz. Brix von 0.5 bis 12.0		Grade am Polarimeter	Prozente Brix und entsprechendes spez. Gewicht									
Zehntel Grade	Proz. Zucker		10.5 1.0422	11.0 1.0443	11.5 1.0464	12.0 1.0485	12.5 1.0506	13.0 1.0528	13.5 1.0549	14.0 1.0570	14.5 1.0592	15.0 1.0613
0.1°	0.03	1°	0.28	0.27	0.27	0.27	0.27	0.27	0.27	0.27	0.27	0.27
0.2	0.06	2	0.55	0.55	0.55	0.55	0.54	0.54	0.54	0.54	0.54	0.54
0.3	0.08	3	0.82	0.82	0.82	0.82	0.82	0.81	0.81	0.81	0.81	0.81
0.4	0.11	4	1.10	1.10	1.09	1.09	1.09	1.09	1.08	1.08	1.08	1.08
0.5	0.14	5	1.37	1.37	1.36	1.36	1.36	1.35	1.35	1.35	1.35	1.35
0.6	0.17	6	1.64	1.64	1.64	1.64	1.63	1.63	1.62	1.62	1.62	1.62
0.7	0.19	7	1.92	1.91	1.91	1.91	1.90	1.90	1.89	1.89	1.89	1.88
0.8	0.22	8	2.19	2.19	2.18	2.18	2.18	2.17	2.17	2.16	2.16	2.15
0.9	0.25	9	2.47	2.46	2.46	2.45	2.45	2.44	2.44	2.43	2.43	2.42
		10	2.74	2.74	2.73	2.73	2.72	2.71	2.71	2.70	2.70	2.69
		11	3.02	3.01	3.00	3.00	2.99	2.99	2.98	2.97	2.97	2.96
		12	3.29	3.28	3.28	3.27	3.26	3.26	3.25	3.24	3.24	3.23
		13	3.56	3.56	3.55	3.54	3.54	3.53	3.52	3.51	3.51	3.50
		14	3.84	3.83	3.82	3.82	3.81	3.80	3.79	3.78	3.78	3.77
		15	4.11	4.11	4.10	4.09	4.08	4.07	4.06	4.06	4.05	4.04
		16	4.39	4.38	4.37	4.36	4.35	4.34	4.33	4.33	4.32	4.31
		17	4.66	4.65	4.64	4.63	4.62	4.62	4.61	4.60	4.59	4.58
		18	4.93	4.93	4.91	4.91	4.90	4.89	4.88	4.87	4.86	4.85
		19	5.21	5.20	5.19	5.18	5.17	5.16	5.15	5.14	5.13	5.12
		20	5.49	5.47	5.46	5.45	5.44	5.43	5.42	5.41	5.40	5.39
		21	5.76	5.75	5.74	5.73	5.71	5.70	5.69	5.68	5.67	5.66
		22	6.03	6.02	6.01	6.00	5.99	5.97	5.96	5.95	5.94	5.93
		23	6.31	6.30	6.28	6.27	6.26	6.24	6.23	6.22	6.21	6.20
		24	6.58	6.57	6.56	6.54	6.53	6.52	6.50	6.49	6.48	6.46
0.5	0.14	25	6.86	6.84	6.83	6.82	6.80	6.79	6.78	6.76	6.75	6.73
0.6	0.17	26	7.13	7.12	7.10	7.09	7.07	7.06	7.05	7.03	7.02	7.00
0.7	0.19	27	7.41	7.39	7.38	7.36	7.35	7.33	7.32	7.30	7.29	7.27
0.8	0.22	28	7.68	7.66	7.65	7.63	7.62	7.60	7.59	7.57	7.56	7.54
0.9	0.25	29	7.96	7.94	7.92	7.91	7.89	7.87	7.86	7.84	7.83	7.81
		30	8.23	8.21	8.20	8.18	8.16	8.15	8.13	8.11	8.10	8.08
		31	8.50	8.49	8.47	8.45	8.44	8.42	8.40	8.39	8.37	8.35
		32	8.78	8.76	8.74	8.73	8.71	8.69	8.67	8.66	8.64	8.62
		33	9.05	9.03	9.02	9.00	8.98	8.96	8.94	8.93	8.91	8.89
		34	9.33	9.31	9.29	9.27	9.25	9.23	9.22	9.20	9.18	9.16
		35	9.60	9.58	9.56	9.54	9.53	9.51	9.49	9.47	9.45	9.43
		36	9.88	9.86	9.84	9.82	9.80	9.78	9.76	9.74	9.72	9.70
		37	10.15	10.13	10.11	10.09	10.07	10.05	10.03	10.01	9.99	9.97
		38		10.40	10.38	10.36	10.34	10.32	10.30	10.28	10.26	10.24
		39		10.68	10.66	10.64	10.61	10.59	10.57	10.55	10.53	10.51

(Fortsetzung).

Mit $\frac{1}{10}$ Bleiessig-Zusatz.

Prozente Brix und entsprechendes spez. Gewicht										Grade am Polari-meter	Proz. Brix von 12.5 bis 20.0	
15.5	16.0	16.5	17.0	17.5	18.0	18.5	19.0	19.5	20.0		Zehntel Grade	Proz. Zucker
1.0635	1.0657	1.0678	1.0700	1.0722	1.0744	1.0766	1.0788	1.0811	1.0833			
0.27	0.27	0.27	0.27	0.27	0.27	0.27	0.27	0.27	0.26	1°	0.1°	0.03
0.54	0.54	0.54	0.53	0.53	0.53	0.53	0.53	0.53	0.53	2	0.2	0.05
0.81	0.80	0.80	0.80	0.80	0.80	0.80	0.79	0.79	0.79	3	0.3	0.08
1.08	1.07	1.07	1.07	1.07	1.06	1.06	1.06	1.06	1.06	4	0.4	0.11
1.34	1.34	1.34	1.34	1.33	1.33	1.33	1.32	1.32	1.32	5	0.5	0.13
1.61	1.61	1.61	1.60	1.60	1.60	1.59	1.59	1.59	1.58	6	0.6	0.16
1.88	1.88	1.87	1.87	1.86	1.86	1.86	1.85	1.85	1.85	7	0.7	0.19
2.15	2.15	2.14	2.14	2.13	2.13	2.12	2.12	2.12	2.11	8	0.8	0.21
2.42	2.41	2.41	2.40	2.40	2.39	2.39	2.38	2.38	2.37	9	0.9	0.24
2.69	2.68	2.68	2.67	2.67	2.66	2.65	2.65	2.64	2.64	10		
2.95	2.95	2.94	2.94	2.93	2.92	2.92	2.91	2.91	2.90	11		
3.22	3.22	3.21	3.20	3.20	3.19	3.18	3.18	3.17	3.17	12		
3.49	3.49	3.48	3.47	3.46	3.46	3.45	3.44	3.44	3.43	13		
3.76	3.75	3.75	3.74	3.73	3.72	3.72	3.71	3.70	3.69	14		
4.03	4.02	4.02	4.01	4.00	3.99	3.98	3.97	3.97	3.96	15		
4.30	4.29	4.28	4.27	4.26	4.26	4.25	4.24	4.23	4.22	16		
4.57	4.56	4.55	4.54	4.53	4.52	4.51	4.50	4.49	4.48	17	Proz. Brix von 12.5 bis 20.0	
4.84	4.83	4.82	4.81	4.80	4.79	4.78	4.77	4.76	4.75	18	Zehntel Grade	Proz. Zucker
5.11	5.10	5.09	5.08	5.06	5.05	5.04	5.03	5.02	5.01	19		
5.38	5.36	5.35	5.34	5.33	5.32	5.31	5.30	5.29	5.28	20		
5.65	5.63	5.62	5.61	5.60	5.59	5.58	5.56	5.55	5.54	21	0.1°	0.03
5.91	5.90	5.89	5.88	5.87	5.85	5.84	5.83	5.82	5.80	22	0.2	0.05
6.18	6.17	6.16	6.14	6.13	6.12	6.11	6.09	6.08	6.07	23	0.3	0.08
6.45	6.44	6.43	6.41	6.40	6.39	6.37	6.36	6.35	6.33	24	0.4	0.11
6.72	6.71	6.69	6.68	6.67	6.65	6.64	6.63	6.61	6.60	25	0.5	0.13
6.99	6.97	6.96	6.95	6.93	6.92	6.90	6.89	6.88	6.86	26	0.6	0.16
7.26	7.24	7.23	7.21	7.20	7.18	7.17	7.15	7.14	7.13	27	0.7	0.18
7.53	7.51	7.50	7.48	7.47	7.45	7.44	7.42	7.40	7.39	28	0.8	0.21
7.80	7.78	7.77	7.75	7.73	7.72	7.70	7.68	7.67	7.65	29	0.9	0.23
8.06	8.05	8.03	8.02	8.00	7.98	7.97	7.95	7.93	7.92	30		
8.33	8.32	8.30	8.28	8.27	8.25	8.23	8.21	8.20	8.18	31		
8.60	8.58	8.57	8.55	8.53	8.51	8.50	8.48	8.46	8.45	32		
8.87	8.85	8.84	8.82	8.80	8.78	8.76	8.75	8.73	8.71	33		
9.14	9.12	9.10	9.09	9.07	9.05	9.03	9.01	8.99	8.97	34		
9.41	9.39	9.37	9.35	9.34	9.31	9.30	9.28	9.26	9.24	35		
9.68	9.66	9.64	9.62	9.60	9.58	9.56	9.54	9.52	9.50	36		
9.95	9.93	9.91	9.89	9.87	9.85	9.83	9.81	9.79	9.77	37		
10.22	10.20	10.18	10.15	10.13	10.11	10.09	10.07	10.05	10.03	38		
10.49	10.46	10.44	10.42	10.40	10.38	10.36	10.34	10.32	10.29	39		

Tabelle VII

Mit $\frac{1}{10}$ Vol. Bleiessig-Zusatz.

Proz. Brix von 11.5 bis 22.5		Grade am Polari- meter	Prozente Brix und entsprechendes spez. Gewicht												
Zehntel Grade	Proz. Zucker		11.5	12.0	12.5	13.0	13.5	14.0	14.5	15.0	15.5	16.0	16.5	17.0	17.5
			1.0464	1.0485	1.0506	1.0528	1.0549	1.0570	1.0592	1.0613	1.0635	1.0657	1.0678	1.0700	1.0722
0.1°	0.03	40°	10.93	10.91	10.89	10.86	10.84	10.82	10.80	10.78	10.76	10.73	10.71	10.69	10.67
0.2	0.05	41		11.18	11.16	11.14	11.12	11.09	11.07	11.03	11.00	10.98	10.96	10.94	
0.3	0.08	42		11.46	11.43	11.41	11.39	11.36	11.34	11.32	11.29	11.27	11.25	11.23	11.20
0.4	0.11	43			11.71	11.68	11.66	11.64	11.61	11.59	11.56	11.54	11.52	11.49	11.47
		44			11.98	11.95	11.93	11.91	11.88	11.86	11.83	11.81	11.79	11.76	11.74
0.5	0.13	45			12.25	12.23	12.20	12.18	12.15	12.13	12.10	12.08	12.05	12.03	12.01
0.6	0.16	46				12.50	12.47	12.45	12.42	12.40	12.37	12.35	12.32	12.30	12.27
0.7	0.19	47					12.74	12.72	12.69	12.67	12.64	12.61	12.59	12.56	12.54
0.8	0.21	48					13.02	12.99	12.97	12.94	12.91	12.88	12.86	12.83	12.81
0.9	0.24	49						13.26	13.23	13.21	13.18	13.15	13.13	13.10	13.07
		50							13.50	13.48	13.45	13.42	13.40	13.37	13.34
		51							13.78	13.75	13.72	13.69	13.66	13.64	13.61
		52								14.02	13.99	13.96	13.93	13.90	13.88
		53								14.29	14.26	14.23	14.20	14.17	14.14
		54									14.53	14.50	14.47	14.44	14.41
Proz. Brix von 17.0 bis 23.0 °		55									14.80	14.77	14.74	14.71	14.68
		56										15.03	15.00	14.97	14.94
		57											15.30	15.27	15.24
Zehntel Grade	Proz. Zucker	58											15.57	15.54	15.51
		59												15.81	15.78
		60													16.05
0.1°	0.03	61													16.31
0.2	0.05	62													
0.3	0.08	63													
0.4	0.11	64													
0.5	0.13	65													
0.6	0.16	66													
0.7	0.18	67													
0.8	0.21	68													
0.9	0.24	69													
		70													
		71													
		72													
		73													
		74													
		75													
		76													
		77													
		78													
		79													
		80													

(Fortsetzung).

Mit $\frac{1}{10}$ Vol. Bleiessig-Zusatz.

Prozente Brix und entsprechendes spez. Gewicht													Grade am Polari-meter	droz. Brix von 23.0 bis 24.0	
18.0	18.5	19.0	19.5	20.0	20.5	21.0	21.5	22.0	22.5	23.0	23.5	24.0		Zehntel Grade	Proz. Zucker
10.744	1.0766	1.0788	1.0811	1.0833	1.0855	1.0878	1.0900	1.0923	1.0946	1.0969	1.0992	1.1015			
10.64	10.62	10.60	10.58	10.56	10.54	10.52	10.49	10.47	10.45	10.43	10.41	10.38	40°		
10.91	10.89	10.87	10.85	10.82	10.80	10.78	10.76	10.74	10.71	10.69	10.67	10.65	41	0.1°	0.03
11.18	11.16	11.13	11.11	11.09	11.07	11.04	11.02	11.00	10.97	10.95	10.93	10.90	42	0.2	0.05
11.45	11.42	11.40	11.38	11.35	11.33	11.31	11.28	11.26	11.24	11.21	11.19	11.17	43	0.3	0.08
11.71	11.69	11.66	11.64	11.62	11.59	11.57	11.55	11.52	11.50	11.47	11.45	11.42	44	0.4	0.10
11.98	11.96	11.93	11.91	11.88	11.86	11.83	11.81	11.78	11.76	11.73	11.71	11.69	45	0.5	0.13
12.25	12.22	12.20	12.17	12.15	12.12	12.09	12.07	12.05	12.02	12.00	11.97	11.94	46	0.6	0.16
12.51	12.49	12.46	12.44	12.41	12.39	12.36	12.33	12.31	12.28	12.26	12.23	12.21	47	0.7	0.18
12.78	12.75	12.73	12.70	12.67	12.65	12.62	12.60	12.57	12.54	12.52	12.49	12.47	48	0.8	0.21
13.05	13.02	12.99	12.97	12.94	12.91	12.88	12.86	12.83	12.81	12.78	12.75	12.73	49	0.9	0.23
13.31	13.29	13.26	13.23	13.20	13.18	13.15	13.12	13.09	13.07	13.04	13.01	12.99	50		
13.58	13.55	13.52	13.50	13.47	13.44	13.41	13.39	13.36	13.33	13.30	13.27	13.25	51		
13.85	13.82	13.79	13.76	13.73	13.70	13.68	13.65	13.62	13.59	13.56	13.53	13.51	52		
14.11	14.08	14.05	14.03	14.00	13.97	13.94	13.91	13.88	13.85	13.82	13.79	13.77	53		
14.38	14.35	14.32	14.29	14.26	14.23	14.20	14.17	14.14	14.11	14.08	14.04	14.02	54		
14.65	14.62	14.59	14.56	14.53	14.50	14.47	14.44	14.41	14.38	14.35	14.32	14.29	55		
14.91	14.88	14.85	14.82	14.79	14.76	14.73	14.70	14.67	14.64	14.61	14.58	14.55	56		
15.18	15.15	15.12	15.09	15.06	15.02	14.99	14.96	14.93	14.90	14.87	14.84	14.81	57		
15.45	15.42	15.38	15.35	15.32	15.29	15.26	15.23	15.19	15.16	15.13	15.10	15.07	58		
15.71	15.68	15.65	15.62	15.58	15.55	15.52	15.49	15.46	15.42	15.39	15.36	15.33	59		
15.98	15.95	15.92	15.88	15.85	15.82	15.78	15.75	15.72	15.69	15.65	15.62	15.59	60		
16.25	16.21	16.18	16.15	16.11	16.08	16.05	16.01	15.98	15.95	15.91	15.88	15.85	61	0.1°	0.03
16.52	16.48	16.45	16.41	16.38	16.35	16.31	16.28	16.24	16.21	16.18	16.14	16.11	62	0.2	0.05
16.78	16.75	16.71	16.68	16.64	16.61	16.57	16.54	16.51	16.47	16.44	16.40	16.37	63	0.3	0.08
17.05	17.01	16.98	16.94	16.91	16.87	16.84	16.80	16.77	16.73	16.70	16.66	16.63	64	0.4	0.10
17.32	17.28	17.24	17.21	17.17	17.14	17.10	17.07	17.03	17.00	16.96	16.92	16.89	65	0.5	0.13
	17.55	17.51	17.47	17.44	17.40	17.37	17.33	17.29	17.26	17.22	17.19	17.15	66	0.6	0.16
	17.81	17.78	17.74	17.70	17.67	17.63	17.59	17.56	17.52	17.48	17.45	17.41	67	0.7	0.18
		18.04	18.00	17.97	17.93	17.89	17.86	17.82	17.78	17.74	17.71	17.67	68	0.8	0.21
		18.31	18.27	18.23	18.19	18.16	18.12	18.08	18.04	18.00	17.97	17.93	69	0.9	0.23
			18.53	18.50	18.46	18.42	18.38	18.35	18.31	18.27	18.23	18.19	70		
				18.76	18.72	18.68	18.65	18.61	18.57	18.53	18.49	18.45	71		
				19.03	18.99	18.95	18.91	18.87	18.83	18.79	18.75	18.71	72		
					19.25	19.21	19.17	19.13	19.09	19.05	19.01	18.97	73		
					19.52	19.48	19.44	19.40	19.35	19.31	19.27	19.23	74		
						19.78	19.74	19.70	19.66	19.62	19.57	19.53	75		
							20.00	19.96	19.92	19.88	19.84	19.80	76		
							20.27	20.22	20.18	20.14	20.10	20.06	77		
								20.49	20.45	20.40	20.36	20.32	78		
								20.75	20.71	20.66	20.62	20.58	79		
									20.97	20.93	20.88	20.80	80		

Tabelle VIII
 von Neumann, für mit $\frac{1}{10}$ Vol. Bleiessig geklärte Lösungen.

Polari- sations- grade	Proz. Zucker	Polari- sations- grade	Proz. Zucker	Polari- sations- grade	Proz. Zucker	Polari- sations- grade	Proz. Zucker
1	0.29	26	7.22	51	13.75	76	19.90
2	0.57	27	7.48	52	14.01	77	20.14
3	0.86	28	7.75	53	14.26	78	20.37
4	1.14	29	8.02	54	14.51	79	20.61
5	1.42	30	8.29	55	14.76	80	20.84
6	1.71	31	8.56	56	15.01	81	21.07
7	1.99	32	8.82	57	15.26	82	21.30
8	2.27	33	9.09	58	15.51	83	21.53
9	2.55	34	9.35	59	15.76	84	21.77
10	2.83	35	9.61	60	16.01	85	22.01
11	3.11	36	9.87	61	16.26	86	22.25
12	3.39	37	10.14	62	16.51	87	22.49
13	3.67	38	10.40	63	16.76	88	22.73
14	3.94	39	10.66	64	17.01	89	22.97
15	4.22	40	10.92	65	17.26	90	23.21
16	4.49	41	11.18	66	17.51	91	23.44
17	4.76	42	11.44	67	17.76	92	23.67
18	5.04	43	11.70	68	18.00	93	23.90
19	5.31	44	11.96	69	18.24	94	24.13
20	5.59	45	12.22	70	18.48	95	24.36
21	5.86	46	12.48	71	18.72	96	24.59
22	6.13	47	12.74	72	18.96	97	24.82
23	6.41	48	12.99	73	19.19	98	25.05
24	6.68	49	13.24	74	19.43	99	25.28
25	6.95	50	13.49	75	19.68	100	25.51

Bruchgrade	Abgelesene ganze Grade		
	1—30°	31—65°	66—100°
0.1	0.03	0.03	0.02
2	05	05	05
3	08	08	07
4	11	10	09
5	14	13	12
6	16	15	14
7	19	18	17
8	22	20	19
0.9	0.25	0.23	0.21

pflügt; kommen Dünnsäfte u. dgl. in Frage, so genügt meist schon die Hälfte der angegebenen Sandmenge. Die vielfach übliche Methode, die darin besteht, daß man in das mit nur 20—25 g Quarzsand be-

schiekte und nebst einem Glasstäbchen gewogene Schälchen 10—20 ccm des Saftes bringt, nach abermaliger Wägung gut durchmischt und bei 105—110° bis zur Gewichtskonstanz trocknet, gibt (besonders bei Diffusionssäften u. dgl.) keine brauchbaren Ergebnisse.

Die Differenz zwischen Trockensubstanz und Zucker oder zwischen 100 und der Summe von Zucker + Wasser ergibt die Menge des Gesamtnichtzuckers.

Unter „Reinheitsquotienten“ versteht man den prozentischen Zuckergehalt der Trockensubstanz, und die Kenntnis dieser, von der jeweiligen Verdünnung unabhängigen Zahl ist für die Beurteilung des Fabrikationswertes zuckerhaltiger Lösungen sehr wichtig. Dividiert man die bei der Analyse einer solchen Lösung gefundenen Zuckerprocente (nach Multiplikation mit 100) durch den scheinbaren Trockensubstanzgehalt, so erhält man den scheinbaren Reinheitsquotienten; den wirklichen Reinheitsquotienten berechnet man durch Division mittels des durch die Wasserbestimmung festgestellten wirklichen Trockensubstanzgehaltes.

Was speziell den Reinheitsquotienten der Rübensäfte anbelangt, so liefert die gebräuchliche Bestimmung der Reinheit des abgepreßten Saftes schon deshalb völlig unzuverlässige Zahlen, weil hierbei das nämliche Material, je nach der Intensität und Zeitdauer des Pressens und je nach der Art der Herstellung (namentlich Zerkleinerung) des Preßgutes, außerordentlich verschiedene Resultate ergibt; nur weil es an einer besseren Methode fehlte, behielt man die erwähnte gewohnheitsgemäß bei und übt sie da, wo auf die Ermittlung dieses Quotienten Wert gelegt wird, meist auch noch gegenwärtig aus. Indessen ist für solche Fälle fraglos ein von Krause¹⁾ ausgearbeitetes Verfahren bei weitem vorzuziehen. Den schon wiederholt erwähnten „Beschlüssen“ gemäß²⁾ hat man es in nachstehender Weise auszuführen:

Man bringt 104,2 g, d. i. das vierfache Normalgewicht, gleichmäßigen Rübenbreies (der beliebig fein, aber auch so grob sein darf, wie ihn ein Handreibsen von 5 mm Lochweite liefert) in einen Digestionskolben mit Marke bei 402,8 ccm (nach Mohr), spült die Breireste mit 90° heißem Wasser in den Kolben nach, füllt ihn zu $\frac{3}{4}$ seines Inhaltes mit heißem Wasser an, bringt ihn sogleich in ein 90° heißes Wasserbad und läßt 20 Minuten stehen, wobei man zeitweilig dreht und umschwenkt, um die Luftblasen emporzutreiben. Man schlägt diese mit ganz wenig Äther nieder (wobei man den Kolben einen Augenblick aus dem Wasserbade hebt), läßt den mit 90° heißem Wasser bis etwa 1 ccm über die Marke aufgefüllten Kolben noch 10 Minuten ruhig im 90° warmen Wasserbade stehen und setzt schließlich, wenn nötig, noch einige Tropfen Äther zu. Nun wird der Kolben nebst eingesetztem Thermometer (um spätere Korrekturen zu vermeiden) am besten sofort auf 17,5° abgekühlt, worauf man bis zur Marke auffüllt, gut durch

¹⁾ Öst.-Ung. Zeitschr. 28, 486; 1899.

²⁾ Ebenda 30, 671; 1901.

schüttelt und durch einen engmaschigen Drahttrichter filtriert (dessen Spitze mit Baumwolle oder Glaswolle ausgelegt werden kann); das Filtrat gießt man nochmals vorsichtig auf den im Drahttrichter befindlichen Rübenbrei zurück, um die Schaumblasen zu entfernen, beseitigt deren Reste mit Filtrierpapier, bringt das klare Filtrat in einen 200 bis 300 ccm fassenden Zylinder und spindelt es mit Krauses Spindel¹⁾: diese ist eine Spindel mit Thermometer und Temperaturkorrektion und enthält in ihrem flachen Stengel zwei Skalen; die eine gibt, wie üblich, die Brixgrade der verdünnten Lösung an, die andere (empirisch graduerte) aber reduzierte Brixgrade, die der löslichen (scheinbaren) Trockensubstanz des ursprünglichen Rübenbreies (auf das Normalgewicht bezogen) entsprechen. Man liest also direkt die Brixgrade des ursprünglichen Rübensaftes ab, und wenn man dann 100 ccm des Saftes wie gewöhnlich polarisiert, kann man die (scheinbare) Reinheit der Rübe in gleichmäßig zutreffender Weise berechnen; in dieser Hinsicht ist also die Krausesche Methode der alten Preßsaftmethode weitaus überlegen, und ihre Vorzüge treten daher, wie Herrmann mit Recht hervorhebt²⁾, namentlich dort zutage, wo es sich um Feststellung einer sicheren Basis, z. B. für vergleichende Untersuchungen verschiedener Saftgewinnungsverfahren, handelt. Ob dagegen die Krauseschen Reinheiten zu den unmittelbar bestimmten Reinheitsquotienten der Diffusionssäfte in konstanten, für die Praxis maßgebenden Beziehungen stehen, erscheint zweifelhaft, wenngleich nach Herrmann³⁾ auch hier in manchen Fällen wertvolle Anhaltspunkte zu ermitteln sind; von vielen Seiten wird übrigens dem Quotienten des Rübensaftes jede Bedeutung für die Praxis gänzlich abgesprochen und daher jede Bemühung, ihn zu bestimmen, als eine völlig frucht- und zwecklose angesehen. — Selbstverständlich versagt auch die Krausesche Methode, sobald Rüben vorliegen, zu deren Analyse die heiße wäßrige Digestion unzureichend erscheint (s. oben).

Der Gebrauch von Koeffiziententabellen zur Umrechnung von scheinbaren auf wahre Reinheiten mit Hilfe von Durchschnittswerten ist, auch nach den neuesten Erfahrungen Claassens, nicht zu empfehlen, umsomehr, als die betreffenden Werte je nach den örtlichen Umständen veränderlich zu sein scheinen, also z. B. für die Produkte jeder Fabrik erst erfahrungsgemäß neu zu berechnen und zeitweise auf ihre bleibende Richtigkeit zu kontrollieren sind. Vergleiche zwischen den Reinheiten des Diffusionssaftes und der verschiedenen Produkte des Fabrikbetriebes sind nach Claassen⁴⁾ völlig wertlos, falls man von den scheinbaren Quotienten ausgeht; allen solchen Berechnungen hat man daher ausschließlich die wahren Reinheiten zugrunde zu legen.

¹⁾ Zu beziehen von H. Kappeller, Wien V, Franzensgasse 13.

²⁾ Bull. Ass. Chim. 21, 988; 1904.

³⁾ Vereinszeitschr. 1903, 485; s. auch Sigmond, Öst.-Ung. Zeitschr. 34, 45; 1905.

⁴⁾ Vereinszeitschr. 60, 323; 1910.

Da die täglich und oft in sehr großer Anzahl vorzunehmenden Berechnungen des Reinheitsquotienten viel Zeit erfordern, hat man verschiedene Tabellen aufgestellt, die für gegebene Trockensubstanzen und Zuckergehalte die Reinheiten unmittelbar abzulesen gestatten. Als sehr nützlich und für alle Fälle, in denen Multiplikationen und Divisionen in Frage kommen, gleich gut anwendbar hat sich in der Praxis die „Rechentafel System Proell“ bewiesen¹⁾; diese ebenso zweckmäßige wie handliche Tafel (in Taschenbuchformat) sollte in keinem Laboratorium fehlen, da sie bei großer Zeitersparnis völlige Sicherheit gewährt.

Durch Multiplikation des gefundenen Zuckergehaltes mit dem scheinbaren bzw. wirklichen Reinheitsquotienten und Division des Produktes durch 100 erhält man die sog. „Stammersche Wertzahl“²⁾, auf die manche Praktiker behufs Beurteilung der Fabrikprodukte auch jetzt noch zurückgreifen.

D. Die Bestimmung des Aschengehaltes.

Die direkte Bestimmung des Aschengehaltes zuckerhaltiger Flüssigkeiten ist sehr zeitraubend und umständlich; man muß erst eindampfen, dann verkohlen, die voluminöse Kohle wiederholt mit Wasser auswaschen, sie verbrennen und die restliche unlösliche Asche zusammen mit dem Glührückstande der im Filtrate befindlichen löslichen bestimmen. Man erhält so die Gesamtasche, die zumeist im wesentlichen aus Carbonaten besteht.

Die viel raschere und daher allgemein angewandte indirekte Methode der Aschenbestimmung ist die Scheiblersche Sulfatmethode. Von Rübensaft, Dünnsaft u. dgl. wägt man hierbei in einem flachen Platinschälchen eine etwa 2–3 g Trockensubstanz enthaltende Menge ab, bringt zur Trockne, durchfeuchtet vollständig mit reiner konzentrierter Schwefelsäure, erhitzt unter Umrühren mit einem Platindraht allmählich über einem Brenner bis zum Eintritte der Verkohlung und verascht hierauf in der Platinmuffel oder im tönernen Muffelofen bei schwacher Rotglut (etwa 700° C), so daß jedenfalls kein Schmelzen der Asche eintritt³⁾, die vielmehr völlig locker sein muß und in wäßriger Lösung gegen Lackmus keinesfalls alkalisch reagieren darf. Von dem erhaltenen Aschengewichte werden 10 % abgezogen, um so (nach Scheiblers ursprünglichen Ermittlungen an Rohzuckern) dem größeren Molekulargewichte der schwefelsauren Salze gegenüber dem der anfänglich vorhandenen kohlen-sauren Rechnung zu tragen; obwohl diese Zahl (10 %) selbst bei Rohzuckern keinen Anspruch auf allgemeine Richtigkeit erheben kann, ist sie trotzdem für sämtliche zuckerhaltigen Produkte

¹⁾ Berlin 1903, Verlag von Julius Springer.

²⁾ Stammer, Lehrbuch d. Zuckerfabrikation, 2. Auflage, S. 143.

³⁾ Schrefeld, Vereinszeitschr. 1897, S. 560; Herzog, ebenda 1899, S. 534.

und Rohstoffe in ausnahmslosen Gebrauch gekommen und bisher auch in diesem verblieben.

Daß man die durch Verbrennung organischer Säuren entstandene Kohlensäure in der „kohlen-sauren Asche“ als „Asche“ mitrechnet, statt sie abzuziehen und den organischen Stoffen zuzusaddieren, ist gleichfalls ein sinnloser, jedoch allgemein üblicher Mißbrauch.

Eine rationellere, von Alberti und Hempel¹⁾ vorgeschlagene Veraschungsmethode unter Zusatz von Quarzsand, die alle Beachtung sowohl für wissenschaftliche Zwecke als auch für technische Untersuchungen verdient, da sie die wirklich vorhandenen anorganischen Bestandteile zu ermitteln gestattet, hat sich noch nicht in die Praxis einführen können, weil der Handel das gewohnte ältere Verfahren verlangt.

Bringt man den Aschengehalt vom Gesamtnichtzucker in Abzug, so ergibt die Differenz den organischen Nichtzucker; einen Unterschied zwischen dem gesamten Aschen- und dem eigentlichen Salzgehalt macht die Praxis und der Handel nicht.

E. Die Bestimmung des Invertzuckergehaltes.

Man bedient sich hierbei der Claassenschen Titriermethode²⁾, die auch hier auf den schon weiter oben erörterten Prinzipien beruht.

Es werden 100 ccm des Saftes mit 10 ccm Bleiessig versetzt, durchgeschüttelt und filtriert und sodann 55 ccm des Filtrates in einem 250-ccm-Kolben mit einer Lösung von kohlen-saurem Natron vorsichtig entbleit. Hierauf wird zur Marke aufgefüllt, gemischt und filtriert; 50 ccm dieses Filtrates (= 10 ccm des ursprünglichen Saftes) kocht man mit 10 ccm der Fehlingschen Lösung in bekannter Weise und titriert mit der 0,2 proz. Invertzuckerlösung zu Ende. Die Titerstellung der Fehlingschen Lösung geschieht hier in der Weise, daß 10 ccm mit 50 ccm einer 1 g reinen Zucker enthaltenden Lösung (entsprechend dem ungefähren Zuckergehalte von 10 ccm Rohsaft) versetzt, gekocht und dann mit der 0,2 proz. Invertzuckerlösung titriert werden. Die Differenz der bei dieser Titerstellung und der bei der Untersuchung verbrauchten ccm Invertzuckerlösung, mit 0,002 multipliziert, ergibt den Invertzuckergehalt der 10 ccm Saft, und das Zehnfache dieses Betrages den Prozentgehalt.

Die titrimetrische Bestimmung des Invertzuckers in Rübensäften und Dünnsäften kann annähernd³⁾ auch in der Weise erfolgen, daß man in eine Reihe von Reagenzgläsern je 5 ccm Fehlingscher Lösung bringt, dazu der Reihe nach 1, 2, 3 usw. ccm des zu prüfenden Saftes fügt, aufkocht und einige Zeit im Sieden erhält, dann sogleich filtriert, das Filtrat mit Essigsäure stark ansäuert und etwas Ferrocyankaliumlösung zu-

¹⁾ Vereinszeitschr. 1891, 743.

²⁾ Deutsche Zuckerindustrie 1893, S. 338.

³⁾ Korrespondenzblatt 1892, Nr. 4.

setzt. Jene Proben, in denen noch nicht alles Kupfer durch den Invertzucker reduziert war, ergeben dann einen braunen Niederschlag oder eine braune Färbung. Als wirklich verbrauchte Zahl ccm betrachtet man das mittlere Ergebnis zweier nächstliegender Versuche, bei deren einem eben noch Kupfer mittels Ferrocyankalium nachweisbar war, während bei dem anderen gerade keine Braunfärbung mehr eintrat. Zur Berechnung nimmt man an, daß 5 ccm Fehling-Soxhletscher Lösung 0,02 (genauer 0,023) g Invertzucker entsprechen. Beim Verbrauche von a ccm Saft hat man

$$a : 0,02 = 100 : x;$$

$$\text{folglich } x \text{ (Prozentgehalt an Invertzucker)} = \frac{100 \times 0,02}{a}.$$

Noch einfacher, und namentlich für Betriebszwecke empfehlenswert, ist die schon oben erwähnte sog. Reagenzglasmethode Herzfelds: 10 ccm des Saftes werden mit 2 ccm Fehlingscher Lösung 2 Minuten gekocht, wobei, falls das Filtrat noch blau ist und noch die Reaktion auf Kupfer gibt (s. oben), auf einen Gehalt unter 0,1 % Invertzucker geschlossen werden darf; anderenfalls stellt man weitere Proben mit größeren Mengen Fehlingscher Lösung an (2, 3, 4 ccm; falls nötig, auch nur um je 0,1 ccm ansteigend) und rechnet, sobald das Filtrat kupferhaltig befunden wird, je einen verbrauchten ccm Fehlingscher Lösung = 0,005 g Invertzucker.

F. Die Bestimmung der Alkalität, Acidität und Koagulierbarkeit.

Man bedient sich zur Alkalitätsbestimmung einer $\frac{1}{28}$ N.-Säure, von der 1 ccm = 0,01 g CaO entspricht. Bei Anwendung von 10 ccm Saft (der nach Bedürfnis mit sog. Phenolphthalein-Neutralwasser zu verdünnen ist) gibt dann die Zahl der verbrauchten ccm Säure sofort die gesuchte Alkalität, der herrschenden Gewöhnheit gemäß ausgedrückt in zehntel Volumprozenten Ätzkalk. Als Indikator benutzt man vielfach noch empfindliche Lackmustinktur, deren Haltbarkeit sich durch Zusatz einiger Körnchen Thymol bedeutend erhöhen läßt, am besten aber jedenfalls reines Phenolphthalein¹⁾; bei vergleichenden Untersuchungen darf man mit dem Indikator nicht wechseln, da die verschiedenen Indikatoren bekanntlich keineswegs übereinstimmende Resultate ergeben, und überdies die Färbung der Säfte die Beobachtung oft noch sehr erschwert.

In Gegenwart von Carbonaten bedient man sich auch des Methylorange als Indikator, doch ist dieser Stoff, wie auch anderer Indikatoren, in der Zuckerindustrie noch wenig erprobt. Zur Bestimmung der freien Alkalien in den Rüben- und Zuckerfabriksäften empfiehlt

¹⁾ Vgl. Herzfeld, Vereinszeitschr. 1893, 631.

Cortrait¹⁾ auch Jodstärke als Indikator, die scharf und genau von Schwarzblau zur Farblosigkeit umschlägt und durch Ammoniak und Carbonate nicht beeinflusst wird.

Pellet²⁾ rät auf Grund eingehender Versuche, als Indikator ausschließlich mit „empfindlicher“ Lackmustinktur imprägniertes, geleimtes Papier anzuwenden. Die Bereitung der Lackmustinktur sowie die Herstellung des Lackmuspapiers sind a. a. O. ausführlich angegeben: das „empfindliche“ Lackmuspapier muß mit einem Tropfen Normalnatronlauge, der mit hundert Tropfen Wasser verdünnt ist, noch deutlich reagieren und ist, Pellets ausgebreiteten Erfahrungen zufolge, unter allen Umständen, selbst wenn z. B. Säfte zu prüfen sind, die freie schweflige Säure enthalten, sämtlichen sonst vorgeschlagenen Mitteln weitaus überlegen. Mit dieser Behauptung steht Pellet allerdings so gut wie allein.

Den Kalkgehalt der Dünnsäfte soll man (falls dies die qualitative Probe mit Ammonium-Oxalat wünschenswert erscheinen läßt) nach einer schon längst bekannten, neuerdings wieder von Pellet vorgeschlagenen und von Wolf³⁾ modifizierten Methode durch Titration mit einer alkoholischen Seifenlösung bestimmen, von der 1 ccm äquivalent 0,0005 g CaO ist; zur Anwendung kommen 20 ccm Saft, die mit destilliertem Wasser auf ca. 150 ccm verdünnt und nach Pellet⁴⁾ unter Zusatz von etwas Essigsäure und sodann von einigen Tropfen Ammoniak mit der Seifenlösung bis zur Bildung eines 1 cm hohen, in 10 Minuten nicht verschwindenden Schaumes titriert werden. Das Verfahren ist unzuverlässig und gibt bestenfalls vergleichbare Resultate.

Richtige Ergebnisse erhält man am raschesten durch Fällung des Kalkes mittels oxalsauren Ammoniaks und Titration mit Kaliumpermanganat, welches bekannte Verfahren für technische Zwecke stets ausreichend und dabei schnell genug ausführbar ist; seine nähere Beschreibung an dieser Stelle dürfte unnötig sein. — Bemerkt sei aber, daß beim längeren Stehen der kalkhaltigen, mit Essigsäure und oxalsaurem Ammonium versetzten Lösung in der Wärme organische Verbindungen mit ausfallen können; dieser Punkt ist zu beachten, da solche Verbindungen nachher durch das Permanganat mit oxydiert werden.

Die Aciditäts-Bestimmung kommt nach Herzfeld⁵⁾ hauptsächlich für Diffusionsäfte u. dgl. in Betracht: man verdünnt 25 ccm Saft mit so viel sog. Phenolphthalein-Neutralwasser (s. dessen Bereitung unten, bei der Untersuchung der Rohzucker auf Alkalität), daß der Farbumschlag gut zu erkennen ist, titriert mit $\frac{1}{25}$ N.-Natronlauge und multipliziert die gefundene Zahl mit 4, wodurch man die (gewöhnheitsmäßig verlangten) entsprechenden Prozente CaO erhält.

¹⁾ Vereinszeitschr. 1897, 31.

²⁾ Sucrerie Belge, 26, 91; 1898; Bull. Ass. Chim. 18, 693; 1901; ebenda Bd. 23, 620, 1905 und 25, 392, 1907.

³⁾ Vereinszeitschr. 1892, 691.

⁴⁾ Bull. Ass. Chim. 23, 1376, 1906.

⁵⁾ Deutsche Zuckerindustrie 34, 293, 973; 1909.

Die sog. Koagulierbarkeit der Rohsäfte bestimmt man nach Herzfeld¹⁾, indem man in ein graduiertes Reagenzglas von etwa 18 mm lichtem Durchmesser 25 ccm Saft nebst 3 Tropfen Eisessig bringt, im Wasserbade bei 80—85° drei Minuten erwärmt und nach dreistündigem Stehen bei Zimmertemperatur das Volumen des Niederschlages in ccm abliest und diese Zahl vervierfacht.

G. Die Bestimmung der Farbe.

Hierzu bedient man sich des Stammerschen oder des verbesserten Grögerschen²⁾ Farbenmaßes. Da indessen derartige Bestimmungen nur sehr selten gefordert werden, so genüge bezüglich der Einrichtung und Benutzung dieser Farbenmaße die Hindeutung auf die jedem Apparate beiliegende Gebrauchsanweisung.

2. Ablaufwässer, Absüßwässer usw.

Ablauf- und ähnliche Wässer von der Saftgewinnung sowie die sog. Rückführungs-Wässer der Diffusion werden in der Regel sofort nach der Probenahme gespindelt (in luftfreier Probe und unter besonderer Beachtung aller Vorsichtsmaßregeln) und auf Zucker (durch Polarisation von 100 ccm, geklärt mit 5—10 ccm Bleiessig), Invertzucker, Acidität und Koagulierbarkeit ebenso wie Rohsaft untersucht.

Die Untersuchung der Absüßwässer von Filtern, Filterpressen usw. beschränkt sich im allgemeinen auf die Feststellung des Zuckergehaltes. Läßt dessen zu geringe Menge keine direkte Bestimmung mehr zu, so werden gewöhnlich 500 ccm des zu untersuchenden Wassers, unter Zusatz einiger Tropfen Natriumcarbonatlösung oder Kalkmilch, auf dem Wasserbade zu etwa 50 ccm eingedampft, in ein 100-ccm-Kölbchen gespült, mit etwas Bleiessig geklärt und nach Auffüllen zur Marke, Durchschütteln und Filtrieren polarisiert. Das Ergebnis der Polarisation wird mit 0,26 multipliziert und gibt dann, durch 5 dividiert, Volumprozent Zucker an.

Wird die genaue Ermittlung des Wasser- und Salzgehaltes gefordert, so dampft man für jede Bestimmung 100 ccm Flüssigkeit auf dem Wasserbade zu einem geringen Volumen ein und verfährt dann weiter, wie oben angegeben.

Zur Überwachung der Absüßarbeit in der Fabrik selbst, z. B. bei Filterpressen oder Filtern, dienen Absüßspindeln von besonderer Einrichtung, die, weil das Absüßen stets bei etwa 60—80° vorgenommen wird, auch selbst bei einer bestimmten höheren Temperatur justiert sind, also die Abkühlung der Flüssigkeit auf die Normaltemperatur entbehrlich machen. Die Teilung reicht von 0—5° Brix, und die Grade sind genügend groß, um die sichere Ablesung von Zehntelgraden zu ermöglichen. Beliebt

¹⁾ a. a. O.

²⁾ Öst.-Ung. Zeitschr. 1903, 62.

ist auch die Anwendung solcher Absüßspindeln, die, bei der Normaltemperatur von $17,5^{\circ}$ justiert, eine Skala von -5° Brix bis $+5^{\circ}$ Brix aufweisen; eine derartige Spindel taucht in reinem Wasser von $17,5^{\circ}$ bis zum Nullpunkte ein, in reinem Wasser von 70°C bis -5° , in 5 proz. Zuckerlösung von $17,5^{\circ}$ bis $+5^{\circ}$ und in einer eben solchen Lösung von 70°C bis zum Nullpunkte.

Die Langensche Absüßspindel läßt die Beendigung des Absüßens bei jeder Temperatur der Flüssigkeit ersehen. Sie enthält ein von $30-70^{\circ}$ reichendes Thermometer, und ihre Skala ist derartig eingeteilt, daß an jenen Punkten, bis zu denen die Spindel in reinem Wasser von $30-70^{\circ}\text{C}$ von Grad zu Grad einsinkt, dieselben Zahlen wie auf der Temperaturskala verzeichnet sind. Bei Anwendung von reinem Wasser lauten demnach die beiden Ablesungen stets gleich, bei Absüßwässern wird hingegen der Unterschied um so größer sein, je höher ihr Gehalt an gelösten Stoffen ist; bei Beginn des Absüßens pflegt man demnach eine erhebliche Differenz zu beobachten, die sich aber mit zunehmender Absüßzeit allmählich verringert, bis endlich, nach völligem Absüßen, beide Ablesungen wieder gleich ausfallen und damit die gänzliche Abwesenheit gelöster Stoffe zu erkennen geben.

Die Fallwässer, Kondensations- und Brüdenwässer werden in der Regel nur qualitativ auf Anwesenheit von Zucker mittels der α -Naphtholreaktion geprüft (event. nach Filtration und Entfettung mit Petroleumäther).

3. Ausgelaugte Schnitzel und Preßlinge; Trocken- und Zucker-Schnitzel.

a) Hinsichtlich der Untersuchung der nassen ausgelaugten Schnitzel zum Zwecke der täglichen Betriebskontrolle begnügen sich noch jetzt viele Fabriken mit einer von Stammer¹⁾ angegebenen Methode: Eine beliebige Menge des geschliffenen Breies wird mit wenig Bleiessig versetzt, worauf man gut mischt, filtriert und das Filtrat im 400-mm-Rohre polarisiert. Durch Multiplikation der Polarisationsgrade mit 0,13 erhält man die Zuckerprocente des Schnitzelsaftes; das geringe Volumen des hinzugesetzten Bleiessigs kann vernachlässigt werden. Will man die Herstellung geschliffenen Breies umgehen, so kann man auch die Polarisation des aus den zerkleinerten Schnitzeln ausgepreßten Saftes ausführen, da bei den in Betracht kommenden geringen Zuckermengen kleine Differenzen im Mark- bzw. Saftgehalte keinen merklichen Fehler bedingen. Man setzt dem Saft tropfenweise so viel Bleiessig zu, bis der Niederschlag flockig wird, und filtriert. Die ermittelte Polarisationszahl, durch 4 dividiert, gibt den Zuckergehalt an.

Selbstverständlich kann ein solches, wegen seiner „Einfachheit“ allerdings sehr beliebtes Verfahren nur den primitivsten Anforderungen genügen, umsomehr, als schon die zutreffende Probenahme große

¹⁾ Vereinszeitschr. 1884, 70.

Schwierigkeiten bietet. Wo genaue, namentlich zu Zwecken der Verlustberechnungen brauchbare Zahlen verlangt werden, empfiehlt es sich daher nach Claassen¹⁾, die abgepreßten Schnitte (deren Gewicht auch laufend festgestellt wird) durch heiße wäßrige Digestion des groben Breies zu untersuchen und gleichzeitig den Zuckergehalt des Schnitzelpreßwassers auf bekanntem Wege zu ermitteln; Durchschnittsproben dieses Preßwassers verschafft man sich am besten mittels einer der bekannten Tropfvorrichtungen. Außer der Pelletschen Methode kann auch die von Herzfeld²⁾ sowie von Sachs-Le Docte³⁾ empfohlene, ganz ebenso wie zur Analyse frischer, so auch zu der ausgelaugten Rübenschnitte angewandt werden. Man benützt am besten frisch entnommene Einzelproben, digeriert 60 g des Breies mit 177 ccm des Bleiessigwassers und polarisiert im 200- oder, nach Sachs, im 400-mm-Rohre.

Die Bestimmung der Trockensubstanz erfolgt nach dem Verfahren Claassens⁴⁾ und gelingt auch ohne die Vortrocknung bei niedrigerer Temperatur.

b) In zahlreichen Fabriken werden die ausgelaugten Schnitzel getrocknet, und es ist daher der Zuckergehalt dieser Trockenschnitzel zu bestimmen. Sehr genaue Ergebnisse innerhalb verhältnismäßig kurzer Zeit erhält man bei normalen Produkten mittels der von Herzfeld⁵⁾ modifizierten alkoholischen Extraktionsmethode, die sich außerdem auch zur Untersuchung der an Zucker noch reicheren sogenannten „Zuckerschnitzel“ bewährt hat.

Nach dieser Methode wird das halbe Normalgewicht der fein gemahlenen Trockenschnitzel mit 60 proz. Alkohol und 3–5 ccm Bleiessig in einem 100-ccm-Kolben so lange digeriert, bis die Schnitzel sich zu Boden setzen, was innerhalb 20–30 Minuten geschieht. Die Digestionsflüssigkeit wird dann in den Extraktionsapparat gespült und in bekannter Weise extrahiert, was längstens 5–6 Stunden erfordert. Sollte ein Teil des Zuckers, wie dies zuweilen vorkommt, invertiert oder karamelisiert sein, so ist der Gesamtzucker des Extraktes (nach geschehener Inversion) auch gewichtsanalytisch zu bestimmen.

Besser und bequemer anwendbar sind auch hier die oben erwähnten Methoden von Herzfeld und von Sachs-Le Docte. Man bringt 50 g der sorgfältigst entnommenen Probe nebst 125 ccm kalten Wassers in eine tarierte Schale, läßt eine halbe Stunde vorquellen, wägt bei Trockenschnitzeln 60 g, bei Zuckerschnitzeln 59 g der gequollenen Masse ab und digeriert mit 177 ccm Bleiessigwasser, das aber in diesem Falle mehr Bleiessig, nämlich 150 ccm auf 1 L. Wasser, enthalten muß; das Ergebnis der polarimetrischen Ablesung ist mit 3,5 zu multiplizieren. — Lassen sich die Schnitzel trocken zerkleinern, so werden sie fein gemahlen

¹⁾ Claassen, Die Zuckerfabrikation, 1904, 315.

²⁾ Vereinszeitschr. 59, 627; 1909.

³⁾ Sucrerie Belge 38, 147; 1909.

⁴⁾ Vereinszeitschr. 60, 323; 1910.

⁵⁾ Zeitschr. f. Zuckerindustrie 59, 627; 1909.

und im Mörser zu einem Pulver gestoßen, von dem man 12,6 g der heißen wäßrigen Digestion mit 177 ccm Bleiessigwasser (1 L. Wasser nebst 100 ccm Bleiessig) unterwirft; man füllt zu 200 ccm auf und vervierfacht schließlich das Ergebnis der Ablesung.

4. Preßschlamm, Scheideschlamm.

Eine richtige Probenahme ist unmittelbar aus der Presse (auch unter Benützung des Mehrleschen Probestechers) recht schwierig und gelingt nach Claassen (a. a. O. S. 316) noch am ehesten in jenen Fabriken, die den Schlamm mit wenig Wasser zu einem Brei aufzumaichen pflegen; soll die Analyse der Verlustberechnung zugrunde gelegt werden, so wird das Gewicht des Schlammes am sichersten aus jenem des angewandten Kalkes berechnet (durch Multiplikation mit 3,5 bzw. 4 für trockenen bzw. nassen Schlamm). Jedenfalls empfiehlt es sich, von dem Schlamm auch in dem Zustande, in dem er die Fabrik verläßt, Proben zu nehmen; alle Proben sind in geschlossenen Gefäßen aufzubewahren und vor der Analyse gründlichst durchzumischen.

Der Zucker kann teils in freiem Zustande, teils an Kalk gebunden vorhanden sein. Den freien Zucker bestimmt man nach Le Docte¹⁾, indem man 53 g Schlamm in ein passendes Glas einwägt, 177 ccm Wasser (2—3 ccm Bleiessig enthaltend) zufügt, die Masse mittels eines unten abgeplatteten Rührers bestens zerteilt und verrührt, und das Filtrat im 400-mm-Rohre polarisiert; das Resultat ist durch 2 zu dividieren. Zur Bestimmung des Gesamtzuckers empfiehlt Le Docte folgende Ausführung eines ursprünglich von Stammer beschriebenen und später von Sidersky²⁾ abgeänderten Verfahrens: Zu 53 g Schlamm läßt man etwa die Hälfte der in der Bürette abgemessenen 177 ccm reinen Wassers zulaufen, zerteilt und verrührt mittels des oben erwähnten Rührers, neutralisiert mit konzentrierter Essigsäure (von der, aus einer Bürette zulaufend, annähernd 3,7 ccm verbraucht werden), fügt 3 ccm Bleiessig bei, läßt nun den Rest der 177 ccm Wasser, abzüglich der 3,7 + 3 oder rund 7 ccm, hinzulaufen, verrührt und polarisiert das Filtrat im 400-mm-Rohre. (Division durch 2 wie oben.)

In analoger Weise kann man auch die Methoden von Ost³⁾ und von Herles⁴⁾ ausführen, die sich des festen Ammoniumnitrates bzw. des Bleiacetates zur Zersetzung des Schlammes bedienen. Ebenso einfach und sicher, dabei jedoch insofern geeigneter, als Zuckergehalt und Alkalität des Schlammes gleichzeitig ermittelt werden können, ist aber das Verfahren mittels Ammoniumnitrat in folgender, ihm, einem Vorschlage Heyers gemäß, von Herzfeld⁵⁾ gegebenen Gestalt:

¹⁾ Sucrerie Belge 38, 568; 1910.

²⁾ Bull. Ass. Chim. 2, 314; 1884.

³⁾ Vereinszeitschr. 32, 659; 1882.

⁴⁾ Zeitschr. f. Zuckerind. in Böhmen 33, 1; 1908.

⁵⁾ Deutsche Zuckerindustrie 34, 973; 1909.

Man verreibt 53 g des kalten Schlammes in einer Reibschale unter allmählichem Zusatz von 177 ccm einer 10 proz. Lösung neutralen Ammoniumnitrates zu einem völlig homogenen Gemenge, filtriert (ohne Bleiessigzugabe!), polarisiert im 200-mm-Rohre und liest hierbei unmittelbar die Prozentzahl des Zuckergehaltes ab. Vom Filtrate titriert man 10 ccm (nebst etwas Rosolsäure) mit einer Probesäure, von der 1 ccm = 0,01 g CaO entspricht und ersieht durch Multiplikation der verbrauchten Zahl ccm mit 0,38 auch den Gehalt des Schlammes an Ätzkalk.

III. Dicksäfte, Sirupe.

A. Bestimmung des spezifischen Gewichtes.

Die Ermittlung des spezifischen Gewichtes geschieht bei Dicksäften und Sirupen mit Hilfe des Pyknometers oder Saccharometers; über die Beziehungen zwischen spezifischem Gewichte, Graden Balling (Brix), und Baumé vgl. Tabelle V; betreffs der Bestimmung des Wasser- und Trockensubstanzgehaltes (aus dem das spezifische Gewicht ebenfalls abgeleitet werden kann) mittels des Refraktometers s. unten (III.C).

B. Bestimmung des Zuckergehaltes.

Die Untersuchung von Produkten, die nur Rohrzucker oder neben Rohrzucker auch noch Invertzucker enthalten, auf chemischem Wege nach den Kupfermethoden wurde bereits im ersten Abschnitte ausführlich erörtert; auf die dort besprochenen Arbeitsmethoden und Tabellen sei verwiesen.

Wenn es sich nur um die Ermittlung der Polarisation handelt, verfährt man genau nach II. B. 1 (S. 38); alkalische Säfte werden auch hier vor der Zugabe des Bleiessigs (1—2 ccm) mit einigen Tropfen Essigsäure neutralisiert.

Die gefundenen Drehungsgrade entsprechen aber (wie schon oben erwähnt wurde) bei der Analyse solcher Zwischenprodukte nicht immer dem wahren Rohrzuckergehalte, vielmehr hat man vielfach auf die Anwesenheit anderer optisch aktiver Körper Rücksicht zu nehmen, und zwar handelt es sich in der Praxis der Rübenzuckerfabrikation meistens entweder um die Gegenwart von Invertzucker, die den wahren Rohrzuckergehalt zu niedrig, oder um jene von Raffinose, die ihn zu hoch erscheinen läßt. Zur Kontrolle der durch direkte Polarisation erhaltenen Werte benutzt man in solchen Fällen die von Clerget¹⁾ angegebene, von Herzfeld²⁾ modifizierte optische Inversionsmethode. Die mittels dieser gefundenen Werte für den

¹⁾ Ann. de Chim. et Phys. (3) 26, 201.

²⁾ Vereinszeitschr. 1890, 165.

ursprünglichen Rohrzuckergehalt Z sind völlig genau, falls der Invertzucker noch unverändert (nicht etwa durch Überhitzung usw. teilweise zersetzt) ist, bzw. falls wirklich Raffinose vorliegt und nicht etwa ein Gemisch anderer sich optisch ähnlich verhaltender Stoffe (s. weiter unten). Bei peinlicher Einhaltung der folgenden Arbeitsvorschrift¹⁾ erhält man stets gleichmäßige und sichere Resultate, während schon die geringste Abweichung erhebliche Fehler bewirken kann.

Das halbe Normalgewicht (13 g der zuckerhaltigen Substanz) wird in 75 ccm Wasser gelöst und in einem 100-ccm-Kolben mit 5 ccm Salzsäure vom spez. Gewicht 1,188 (also von 38 %, 2,26 g HCl enthaltend) versetzt; hierauf wird ein genaues (geeichtes oder Normal-) Thermometer eingesenkt, der Kolben in die Mitte eines Wasserbades gesetzt, das in allen seinen Teilen konstant die Temperatur von 70° zeigt, durch entsprechend tiefes Eintauchen und stets gleichmäßiges Umschütteln binnen 2—3 Minuten auf 67° angewärmt und genau 5 Minuten bei 67—70° erhalten. Dann wird sofort auf 20° abgekühlt, das Thermometer abgespült und der Kolben bis zur Marke (100 ccm) aufgefüllt. Sind die Lösungen dunkel, so setzt man zur Entfärbung nunmehr 1—2 g mit Salzsäure völlig extrahierter und geglühter Knochenkohle (am besten sog. Entfärbungskohle²⁾ von Flemming in Kalk a./Rh.) zu, schüttelt kräftig um und filtriert; bei anfänglich ungenügender Entfärbung gießt man die ersten Anteile mehrere Male auf das Filter zurück. Das Filtrat bringt man in ein 200-mm-Rohr mit Kühlmantel, senkt in dessen Tubus ein in $\frac{1}{10}$ geteiltes, auf seine Genauigkeit geprüfetes Normalthermometer ein und leitet durch den Mantel Wasser von 20° oder einer nicht weit von 20° abliegenden Temperatur. Sobald das Thermometer konstante Temperatur anzeigt, wird es entfernt, worauf man sofort polarisiert. Zur Berechnung dienen nachstehende Formeln³⁾:

Rohrzucker nach der verbesserten Clerget'schen Formel:

$$Z \text{ (Rohrzucker)} = \frac{100 S}{132,66},$$

falls die Inversionspolarisation bei genau 20° C ausgeführt ist, oder

$$Z = \frac{100 S}{142,66 - \frac{t}{2}},$$

falls die Inversionspolarisation bei von 20° C abweichender Temperatur⁴⁾

¹⁾ Vereinszeitschr. 1890, 452.

²⁾ Auf ihre Absorptionsfähigkeit für Rohrzucker ist sie durch einen Versuch mit reiner invertierter Zuckerlösung zu prüfen.

³⁾ Bezüglich der Ableitung der Formeln sei auf Herzfeld, Vereinszeitschr. 1890, S. 165 verwiesen.

⁴⁾ Eine Rohrzuckerlösung von 100° Rechtsdrehung zeigt nach der völligen Überführung in Invertzucker eine Linksdrehung von 42,66° bei 0° C; diese Linksdrehung nimmt für jeden Grad Celsius bei steigender Temperatur um 0,5° ab.

ermittelt wurde. Es bedeutet hierbei S die durch die Inversion hervorgerufene Abnahme der Drehung in Saccharimetergraden, wobei direkte und Inversionspolarisation auf das ganze Normalgewicht umzurechnen sind, und t die Beobachtungstemperatur während der Inversionspolarisation.

Rohrzucker nach der Raffinoseformel¹⁾ (nur in Gegenwart wirklicher Raffinose anwendbar, siehe weiter unten):

$$Z \text{ (Rohrzucker)} = \frac{0,5124 P - I_{20}}{0,839}$$

Es bedeutet hier P die direkte Polarisation und I_{20} die auf das ganze Normalgewicht umgerechnete Inversionspolarisation bei 20°; wurde die Inversionspolarisation bei einer von 20° abweichenden Temperatur vorgenommen, so korrigiert man zunächst den beobachteten Wert nach der Hammerschmidtschen Formel²⁾

$$I_{20} = I_t + 0,0038 \cdot S \cdot (20 - t)$$

und setzt diesen in die erstangeführte Formel ein.

Tabelle IX enthält alle für die eben besprochene optische Inversionsmethode erforderlichen Zahlenangaben.

Zur Kontrolle der optischen Methode ist es in manchen Fällen³⁾ nützlich, den Gesamtzuckergehalt der invertierten Lösung mittels Fehlingscher Lösung zu bestimmen; man füllt hierzu 50 ccm der

Tabelle IX.

Tabellen zur Berechnung der Inversionspolarisation.

A. Temperaturkorrektur nach Hammerschmidt.

$$I_{20} = I_t + 0,0038 \cdot S \cdot (20 - t).$$

S =	134	132	130	128	126	124	122	120	118	116	114	112	110	105	100	95	90
20 - t = 1	0.51	0.50	0.49	0.49	0.48	0.47	0.46	0.46	0.45	0.44	0.43	0.43	0.42	0.40	0.38	0.36	0.34
2	1.02	1.00	0.99	0.97	0.96	0.94	0.93	0.91	0.90	0.88	0.87	0.85	0.84	0.80	0.76	0.72	0.68
3	1.53	1.50	1.48	1.46	1.44	1.41	1.39	1.37	1.35	1.32	1.30	1.28	1.25	1.20	1.14	1.08	1.03
4	2.04	2.01	1.98	1.95	1.92	1.88	1.85	1.82	1.79	1.76	1.73	1.70	1.67	1.60	1.52	1.44	1.37
5	2.55	2.51	2.47	2.43	2.39	2.36	2.32	2.28	2.24	2.20	2.17	2.13	2.09	2.00	1.90	1.81	1.71
6	3.06	3.01	2.96	2.92	2.87	2.83	2.78	2.74	2.69	2.64	2.60	2.55	2.51	2.39	2.28	2.17	2.05
7	3.56	3.51	3.46	3.40	3.35	3.30	3.25	3.19	3.14	3.09	3.03	2.98	2.93	2.79	2.66	2.53	2.39
8	4.07	4.01	3.95	3.89	3.83	3.77	3.71	3.65	3.59	3.53	3.47	3.40	3.34	3.19	3.04	2.89	2.74
9	4.58	4.51	4.45	4.38	4.31	4.24	4.17	4.10	4.04	3.97	3.90	3.83	3.76	3.59	3.42	3.25	3.08

¹⁾ Vgl. Creydt, Vereinszeitschr. 1887, 153; Herzfeld und Dammüller, ebenda 1888, 742; Herzfeld, ebenda 1890, 194.

²⁾ Vereinszeitschr. 1890, 200.

³⁾ Siehe Lippmann, Chemie der Zuckerarten 1904, 1659; Baumann, Vereinszeitschr. 1898, 780.

S =	85	80	75	70	65	60	55	50	45	40	35	30	25	20	15	10	5
20—t=1	0.32	0.30	0.29	0.27	0.25	0.23	0.21	0.19	0.17	0.15	0.13	0.11	0.10	0.08	0.06	0.04	0.02
2	0.65	0.61	0.57	0.53	0.49	0.46	0.42	0.38	0.34	0.30	0.27	0.23	0.19	0.15	0.11	0.08	0.04
3	0.97	0.91	0.86	0.80	0.74	0.68	0.63	0.57	0.51	0.46	0.40	0.34	0.29	0.23	0.17	0.11	0.06
4	1.29	1.22	1.14	1.06	0.99	0.91	0.84	0.76	0.68	0.61	0.53	0.46	0.38	0.30	0.23	0.15	0.08
5	1.62	1.52	1.43	1.33	1.24	1.14	1.05	0.95	0.86	0.76	0.67	0.57	0.48	0.38	0.29	0.19	0.10
6	1.94	1.82	1.71	1.60	1.48	1.37	1.25	1.14	1.03	0.91	0.80	0.68	0.57	0.46	0.34	0.23	0.11
7	2.26	2.13	2.00	1.86	1.73	1.60	1.46	1.33	1.20	1.06	0.93	0.80	0.67	0.53	0.40	0.27	0.13
8	2.58	2.43	2.28	2.13	1.98	1.82	1.67	1.52	1.37	1.22	1.06	0.91	0.76	0.61	0.46	0.30	0.15
9	2.91	2.74	2.57	2.39	2.22	2.05	1.88	1.71	1.54	1.37	1.20	1.03	0.86	0.68	0.51	0.34	0.17

B. Zucker nach Clerget.

$$Z = \frac{100 \cdot S}{132.66} = 0,75380 \cdot S$$

0.75380

1	0.7538	6	4.5228	10	7.5380
2	1.5076	7	5.2766	11	8.2918
3	2.2614	8	6.0304	12	9.0456
4	3.0152	9	6.7842	13	9.7994
5	3.7690				

C. Zucker und Raffinose nach den Formeln:

$$Z = \frac{0.5188 \cdot P - I_{20}}{0.845}$$

$$= 0.61396 \cdot P - 1.18343 \cdot I_{20}$$

1	0.6140	1	1.1834
2	1.2279	2	2.3669
3	1.8419	3	3.5503
4	2.4558	4	4.7337
5	3.0698	5	5.9172
6	3.6838	6	7.1006
7	4.2977	7	8.2840
8	4.9117	8	9.4674
9	5.5256	9	10.6509
10	6.1396	10	11.8343

$$R = \frac{P - Z}{1.85}$$

$$= 0.5445 \cdot (P - Z)$$

1	0.541
2	1.081
3	1.622
4	2.162
5	2.703
6	3.243
7	3.784
8	4.324
9	4.865
10	5.405

$$Z = \frac{0.5124 \cdot P - I_{20}}{0.839}$$

$$= 0.61073 \cdot P - 1.19190 \cdot I_{20}$$

1	0.6107	1	1.1919
2	1.2215	2	2.3838
3	1.8322	3	3.5757
4	2.4429	4	4.7676
5	3.0537	5	5.9595
6	3.6644	6	7.1514
7	4.2751	7	8.3433
8	4.8858	8	9.5352
9	5.4966	9	10.7271
10	6.1073	10	11.9190

Polarisationsflüssigkeit zu 1 L. auf, neutralisiert davon 25 ccm (= 0,1625 g Substanz) mit 25 ccm einer Sodalösung, die 1,7 g wasserfreie Soda im Liter enthält, und verfährt dann weiter, wie S. 22 angegeben wurde.

C. Bestimmung des Wasser- und Nichtzuckergehaltes.

Die direkte Ermittlung der Trockensubstanz geschieht durch Einwiegen von 3 g Substanz nebst 50 g Sand und Trocknen in der Luft-leere bei 105–110°.

Die Bestimmung des Wassergehaltes kann in sehr einfacher und rasch ausführbarer Weise mit Hilfe der neuerdings sehr verbesserten refraktometrischen Methode erfolgen; der von der Firma Zeiß in Jena zu beziehende Abbesche Refraktometer erfordert nämlich zu seiner Beschickung nur 2–3 Tropfen der zu prüfenden Zuckerlösung, die zwischen seine beiden Prismen gebracht und der, jedem Apparate beiliegenden, genauen Vorschrift gemäß untersucht werden. Unter Benützung eines die Prismen umspülenden Wasserstromes, dessen Temperatur mittels eines genauen Thermometers auf 20° C gehalten wird, läßt sich die kleine Menge der Zuckerlösung rasch auf die Normaltemperatur von 20° bringen, worauf der Brechungsindex sofort abgelesen wird; der von Main¹⁾ ausgearbeiteten Tabelle X ist sodann der entsprechende Gehalt an Wasser bzw. Trockensubstanz unmittelbar zu entnehmen. Lassen die Umstände das Innehalten der Temperatur von 20° C nicht zu, so stellt man bei jeder Ablesung die jeweilige Temperatur des die Prismen umspülenden Wassers fest und kann dann gemäß einer von Stanek²⁾ aufgestellten Tabelle XI die gefundenen Werte korrigieren. Werden die Prismen gleich nach dem Gebrauch mit etwas Filtrierpapier gereinigt und mit einem weichen Tuche abgetrocknet, so ist der Apparat sofort wieder gebrauchsfähig.

Die Resultate stimmen bei reineren Zuckersäften fast genau mit der wirklichen Trockensubstanz überein, bei unreinen Lösungen werden sie jedenfalls weitaus weniger durch die Gegenwart der Nichtzuckerstoffe beeinflusst als bei Benutzung der Brix-Spindel oder der Mohr-Westphalschen Wage und fallen daher für alle Zwecke der Praxis genügend genau aus.

Tabelle X.

Mains Tabelle zur Wasserbestimmung in Zuckerlösungen mittels des Abbeschen Refraktometers.

Brechungs- Index bei 20° C	% Wasser	Brechungs- Index bei 20° C	% Wasser	Brechungs- Index bei 20° C	% Wasser	Brechungs- Index bei 20° C	% Wasser
1.3330	100	1.3338	99.4	1.3347	98.8	1.3355	98.2
1.3331	99.9	1.3340	99.3	1.3348	98.7	1.3357	98.1
1.3333	99.8	1.3341	99.2	1.3350	98.6	1.3358	98
1.3334	99.7	1.3343	99.1	1.3351	98.5	1.3359	97.9
1.3336	99.6	1.3344	99	1.3352	98.4	1.3361	97.8
1.3337	99.5	1.3345	98.9	1.3354	98.3	1.3362	97.7

¹⁾ Int. Sugar Journ. 9, 481; 1907.

²⁾ Böhmisches Zeitschr. f. Zuckerind. Bd. 33, 153; 1908: eine Korrektions-tafel auch für den sog. Eintauch-Refraktometer s. ebenda 34, 501; 1910.

Bestimmung von Wasser in Zuckerlösungen.

Brechungs- Index bei 20° C	% Wasser	Brechungs- Index bei 20° C	% Wasser	Brechungs- Index bei 20° C	% Wasser	Brechungs- Index bei 20° C	% Wasser
1.3364	97.6	1.3438	95.5	1.3516	87.4	1.3599	82.3
1.3365	97.5	1.3439	92.4	1.3518	87.3	1.3600	82.2
1.3366	97.4	1.3441	92.3	1.3519	87.2	1.3602	82.1
1.3368	97.3	1.3442	92.2	1.3521	87.1	1.3604	82
1.3369	97.2	1.3444	92.1	1.3522	87	1.3605	81.9
1.3371	97.1	1.3445	92	1.3524	86.9	1.3607	81.8
1.3372	97	1.3447	91.9	1.3526	86.8	1.3609	81.7
1.3373	96.9	1.3448	91.8	1.3527	86.7	1.3610	81.6
1.3375	96.8	1.3450	91.7	1.3529	86.6	1.3612	81.5
1.3376	96.7	1.3451	91.6	1.3530	86.5	1.3614	81.4
1.3378	96.6	1.3453	91.5	1.3532	86.4	1.3615	81.3
1.3379	96.5	1.3454	91.4	1.3533	86.3	1.3617	81.2
1.3380	96.4	1.3456	91.3	1.3535	86.2	1.3619	81.1
1.3382	96.3	1.3457	91.2	1.3537	86.1	1.3620	81
1.3383	96.2	1.3459	91.1	1.3538	86	1.3622	80.9
1.3385	96.1	1.3460	91	1.3540	85.9	1.3624	80.8
1.3386	96	1.3462	90.9	1.3541	85.8	1.3625	80.7
1.3387	95.9	1.3463	90.8	1.3543	85.7	1.3627	80.6
1.3389	95.8	1.3465	90.7	1.3545	85.6	1.3629	80.5
1.3390	95.7	1.3466	90.6	1.3546	85.5	1.3630	80.4
1.3392	95.6	1.3468	90.5	1.3548	85.4	1.3632	80.3
1.3393	95.5	1.3469	90.4	1.3549	85.3	1.3634	80.2
1.3394	95.4	1.3471	90.3	1.3551	85.2	1.3635	80.1
1.3396	95.3	1.3472	90.2	1.3552	85.1	1.3637	80
1.3397	95.2	1.3474	90.1	1.3554	85	1.3639	79.9
1.3399	95.1	1.3475	90	1.3556	84.9	1.3640	79.8
1.3400	95	1.3477	89.9	1.3557	84.8	1.3642	79.7
1.3402	94.9	1.3478	89.8	1.3559	84.7	1.3644	79.6
1.3403	94.8	1.3480	89.7	1.3561	84.6	1.3645	79.5
1.3405	94.7	1.3481	89.6	1.3562	84.5	1.3647	79.4
1.3406	94.6	1.3483	89.5	1.3564	84.4	1.3649	79.3
1.3408	94.5	1.3484	89.4	1.3566	84.3	1.3650	79.2
1.3409	94.4	1.3486	89.3	1.3567	84.2	1.3652	79.1
1.3411	94.3	1.3488	89.2	1.3569	84.1	1.3654	79
1.3412	94.2	1.3489	89.1	1.3571	84	1.3655	78.9
1.3414	94.1	1.3491	89	1.3572	83.9	1.3657	78.8
1.3415	94	1.3492	88.9	1.3574	83.8	1.3659	78.7
1.3417	93.9	1.3494	88.8	1.3576	83.7	1.3661	78.6
1.3418	93.8	1.3496	88.7	1.3577	83.6	1.3662	78.5
1.3420	93.7	1.3497	88.6	1.3579	83.5	1.3664	78.4
1.3421	93.6	1.3499	88.5	1.3581	83.4	1.3666	78.3
1.3423	93.5	1.3500	88.4	1.3582	83.3	1.3667	78.2
1.3424	93.4	1.3502	88.3	1.3584	83.2	1.3669	78.1
1.3426	93.3	1.3503	88.2	1.3586	83.1	1.3671	78
1.3427	93.2	1.3505	88.1	1.3587	83	1.3672	77.9
1.3429	93.1	1.3507	88	1.3589	82.9	1.3674	77.8
1.3430	93	1.3508	87.9	1.3591	82.8	1.3676	77.7
1.3432	92.9	1.3510	87.8	1.3592	82.7	1.3677	77.6
1.3433	92.8	1.3511	87.7	1.3594	82.6	1.3679	77.5
1.3435	92.7	1.3513	87.6	1.3596	82.5	1.3681	77.4
1.3436	92.6	1.3515	87.5	1.3597	82.4	1.3682	77.3

Bestimmung von Wasser in Zuckerlösungen.

Brechungs- Index bei 20° C	% Wasser	Brechungs- Index bei 20° C	% Wasser	Brechungs- Index bei 20° C	% Wasser	Brechungs- Index bei 20° C	% Wasser
1.3684	77.2	1.3773	72.1	1.3865	67	1.3961	61.9
1.3686	77.1	1.3774	72	1.3867	66.9	1.3963	61.8
1.3687	77	1.3776	71.9	1.3869	66.8	1.3965	61.7
1.3689	76.9	1.3778	71.8	1.3871	66.7	1.3967	61.6
1.3691	76.8	1.3780	71.7	1.3873	66.6	1.3969	61.5
1.3692	76.7	1.3782	71.6	1.3874	66.5	1.3970	61.4
1.3694	76.6	1.3783	71.5	1.3876	66.4	1.3972	61.3
1.3696	76.5	1.3785	71.4	1.3878	66.3	1.3974	61.2
1.3697	76.4	1.3787	71.3	1.3880	66.2	1.3976	61.1
1.3699	76.3	1.3789	71.2	1.3882	66.1	1.3978	61
1.3701	76.2	1.3790	71.1	1.3884	66	1.3980	60.9
1.3703	76.1	1.3792	71	1.3885	65.9	1.3982	60.8
1.3704	76	1.3794	70.9	1.3887	65.8	1.3984	60.7
1.3706	75.9	1.3796	70.8	1.3889	65.7	1.3986	60.6
1.3708	75.8	1.3798	70.7	1.3891	65.6	1.3988	60.5
1.3709	75.7	1.3799	70.6	1.3893	65.5	1.3989	60.4
1.3711	75.6	1.3801	70.5	1.3895	65.4	1.3991	60.3
1.3713	75.5	1.3803	70.4	1.3896	65.3	1.3993	60.2
1.3714	75.4	1.3805	70.3	1.3898	65.2	1.3995	60.1
1.3716	75.3	1.3806	70.2	1.3900	65.1	1.3997	60
1.3718	75.2	1.3808	70.1	1.3902	65	1.3999	59.9
1.3719	75.1	1.3810	70	1.3904	64.9	1.4001	59.8
1.3721	75	1.3812	69.8	1.3906	64.8	1.4003	59.7
1.3723	74.9	1.3814	69.9	1.3908	64.7	1.4005	59.6
1.3725	74.8	1.3816	69.7	1.3910	64.6	1.4007	59.5
1.3726	74.7	1.3817	69.6	1.3912	64.5	1.4009	59.4
1.3728	74.6	1.3819	69.5	1.3913	64.4	1.4011	59.3
1.3730	74.5	1.3821	69.4	1.3915	64.3	1.4013	59.2
1.3732	74.4	1.3823	69.3	1.3917	64.2	1.4015	59.1
1.3733	74.3	1.3825	69.2	1.3919	64.1	1.4017	59
1.3735	74.2	1.3827	69.1	1.3921	64	1.4019	58.9
1.3737	74.1	1.3828	69	1.3923	63.9	1.4021	58.8
1.3739	74	1.3830	68.9	1.3925	63.8	1.4022	58.7
1.3741	73.9	1.3832	68.8	1.3927	63.7	1.4024	58.6
1.3742	73.8	1.3834	68.7	1.3929	63.6	1.4026	58.5
1.3744	73.7	1.3836	68.6	1.3931	63.5	1.4028	58.4
1.3746	73.6	1.3838	68.5	1.3932	63.4	1.4030	58.3
1.3748	73.5	1.3839	68.4	1.3934	63.3	1.4032	58.2
1.3749	73.4	1.3841	68.3	1.3936	63.2	1.4034	58.1
1.3751	73.3	1.3843	68.2	1.3938	63.1	1.4036	58
1.3753	73.2	1.3845	68.1	1.3940	63	1.4038	57.9
1.3755	73.1	1.3847	68	1.3942	62.9	1.4040	57.8
1.3757	73	1.3849	67.9	1.3944	62.8	1.4042	57.7
1.3758	72.9	1.3850	67.8	1.3946	62.7	1.4044	57.6
1.3760	72.8	1.3852	67.7	1.3948	62.6	1.4046	57.5
1.3762	72.7	1.3854	67.6	1.3950	62.5	1.4048	57.4
1.3764	72.6	1.3856	67.5	1.3951	62.4	1.4050	57.3
1.3766	72.5	1.3858	67.4	1.3953	62.3	1.4052	57.2
1.3767	72.4	1.3860	67.3	1.3955	62.2	1.4054	57.1
1.3769	72.3	1.3862	67.2	1.3957	62.1	1.4056	57
1.3771	72.2	1.3863	67.1	1.3959	62	1.4058	56.9

Bestimmung von Wasser in Zuckerlösungen.

Brechungs- Index bei 20° C	% Wasser	Brechungs- Index bei 20° C	% Wasser	Brechungs- Index bei 20° C	% Wasser	Brechungs- Index bei 20° C	% Wasser
1.4060	56.8	1.4167	51.6	1.4275	46.4	1.4391	41.2
1.4062	56.7	1.4169	51.5	1.4277	46.3	1.4394	41.1
1.4064	56.6	1.4171	51.4	1.4279	46.2	1.4396	41
1.4066	56.5	1.4173	51.3	1.4281	46.1	1.4398	40.9
1.4068	56.4	1.4176	51.2	1.4283	46	1.4401	40.8
1.4070	56.3	1.4178	51.1	1.4285	45.9	1.4403	40.7
1.4071	56.2	1.4180	51	1.4288	45.8	1.4405	40.6
1.4073	56.1	1.4182	50.9	1.4290	45.7	1.4408	40.5
1.4075	56	1.4184	50.8	1.4292	45.6	1.4410	40.4
1.4077	55.9	1.4186	50.7	1.4294	45.5	1.4412	40.3
1.4079	55.8	1.4188	50.6	1.4296	45.4	1.4414	40.2
1.4081	55.7	1.4190	50.5	1.4298	45.3	1.4417	40.1
1.4083	55.6	1.4193	50.4	1.4300	45.2	1.4419	40
1.4085	55.5	1.4195	50.3	1.4302	45.1	1.4421	39.9
1.4087	55.4	1.4197	50.2	1.4304	45	1.4424	39.8
1.4089	55.3	1.4199	50.1	1.4306	44.9	1.4426	39.7
1.4091	55.2	1.4201	50	1.4309	44.8	1.4428	39.6
1.4093	55.1	1.4203	49.9	1.4311	44.7	1.4431	39.5
1.4095	55	1.4205	49.8	1.4313	44.6	1.4433	39.4
1.4097	54.9	1.4207	49.7	1.4316	44.5	1.4435	39.3
1.4099	54.8	1.4209	49.6	1.4318	44.4	1.4438	39.2
1.4101	54.7	1.4211	49.5	1.4320	44.3	1.4440	39.1
1.4103	54.6	1.4213	49.4	1.4322	44.2	1.4442	39
1.4106	54.5	1.4215	49.3	1.4325	44.1	1.4445	38.9
1.4108	54.4	1.4217	49.2	1.4327	44	1.4447	38.8
1.4110	54.3	1.4220	49.1	1.4329	43.9	1.4449	38.7
1.4112	54.2	1.4222	49	1.4332	43.8	1.4451	38.6
1.4114	54.1	1.4224	48.9	1.4334	43.7	1.4454	38.5
1.4116	54	1.4226	48.8	1.4336	43.6	1.4456	38.4
1.4118	53.9	1.4228	48.7	1.4339	43.5	1.4458	38.3
1.4120	53.8	1.4230	48.6	1.4341	43.4	1.4461	38.2
1.4123	53.7	1.4232	48.5	1.4343	43.3	1.4463	38.1
1.4125	53.6	1.4234	48.4	1.4345	43.2	1.4465	38
1.4127	53.5	1.4236	48.3	1.4348	43.1	1.4468	37.9
1.4129	53.4	1.4238	48.2	1.4350	43	1.4470	37.8
1.4131	53.3	1.4240	48.1	1.4352	42.9	1.4472	37.7
1.4133	53.2	1.4242	48	1.4355	42.8	1.4475	37.6
1.4135	53.1	1.4244	47.9	1.4357	42.7	1.4477	37.5
1.4137	53	1.4246	47.8	1.4359	42.6	1.4479	37.4
1.4140	52.9	1.4248	47.7	1.4362	42.5	1.4482	37.3
1.4142	52.8	1.4250	47.6	1.4364	42.4	1.4484	37.2
1.4144	52.7	1.4253	47.5	1.4366	42.3	1.4486	37.1
1.4146	52.6	1.4255	47.4	1.4368	42.2	1.4489	37
1.4148	52.5	1.4257	47.3	1.4371	42.1	1.4491	36.9
1.4150	52.4	1.4259	47.2	1.4373	42	1.4493	36.8
1.4152	52.3	1.4261	47.1	1.4375	41.9	1.4496	36.7
1.4154	52.2	1.4263	47	1.4378	41.8	1.4498	36.6
1.4156	52.1	1.4265	46.9	1.4380	41.7	1.4500	36.5
1.4159	52	1.4267	46.8	1.4382	41.6	1.4503	36.4
1.4161	51.9	1.4269	46.7	1.4385	41.5	1.4505	36.3
1.4163	51.8	1.4271	46.6	1.4387	41.4	1.4507	36.2
1.4165	51.7	1.4273	46.5	1.4389	41.3	1.4509	36.1

Bestimmung von Wasser in Zuckerlösungen.

Brechungs- Index bei 20° C	% Wasser	Brechungs- Index bei 20° C	% Wasser	Brechungs- Index bei 20° C	% Wasser	Brechungs- Index bei 20° C	% Wasser
1.4512	36	1.4635	30.7	1.4764	25.4	1.4898	20.1
1.4514	35.9	1.4637	30.6	1.4767	25.3	1.4901	20
1.4516	35.8	1.4639	30.5	1.4769	25.2	1.4904	19.9
1.4519	35.7	1.4642	30.4	1.4772	25.1	1.4906	19.8
1.4521	35.6	1.4644	30.3	1.4774	25	1.4909	19.7
1.4523	35.5	1.4646	30.2	1.4777	24.9	1.4912	19.6
1.4526	35.4	1.4649	30.1	1.4779	24.8	1.4914	19.5
1.4528	35.3	1.4651	30	1.4782	24.7	1.4917	19.4
1.4530	35.2	1.4653	29.9	1.4784	24.6	1.4919	19.3
1.4533	35.1	1.4656	29.8	1.4787	24.5	1.4922	19.2
1.4535	35	1.4658	29.7	1.4789	24.4	1.4925	19.1
1.4537	34.9	1.4661	29.6	1.4792	24.3	1.4927	19
1.4540	34.8	1.4663	29.5	1.4794	24.2	1.4930	18.9
1.4542	34.7	1.4666	29.4	1.4797	24.1	1.4933	18.8
1.4544	34.6	1.4668	29.3	1.4799	24	1.4935	18.7
1.4547	34.5	1.4671	29.2	1.4802	23.9	1.4938	18.6
1.4549	34.4	1.4673	29.1	1.4804	23.8	1.4941	18.5
1.4551	34.3	1.4676	29	1.4807	23.7	1.4943	18.4
1.4554	34.2	1.4678	28.9	1.4810	23.6	1.4946	18.3
1.4556	34.1	1.4681	28.8	1.4812	23.5	1.4949	18.2
1.4558	34	1.4683	28.7	1.4815	23.4	1.4951	18.1
1.4561	33.9	1.4685	28.6	1.4817	23.3	1.4954	18
1.4563	33.8	1.4688	28.5	1.4820	23.2	1.4956	17.9
1.4565	33.7	1.4690	28.4	1.4822	23.1	1.4959	17.8
1.4567	33.6	1.4693	28.3	1.4825	23	1.4962	17.7
1.4570	33.5	1.4695	28.2	1.4827	22.9	1.4964	17.6
1.4572	33.4	1.4698	28.1	1.4830	22.8	1.4967	17.5
1.4574	33.3	1.4700	28	1.4832	22.7	1.4970	17.4
1.4577	33.2	1.4703	27.9	1.4835	22.6	1.4972	17.3
1.4579	33.1	1.4705	27.8	1.4838	22.5	1.4975	17.2
1.4581	33	1.4708	27.7	1.4840	22.4	1.4978	17.1
1.4584	32.9	1.4710	27.6	1.4843	22.3	1.4980	17
1.4586	32.8	1.4713	27.5	1.4845	22.2	1.4983	16.9
1.4588	32.7	1.4715	27.4	1.4848	22.1	1.4985	16.8
1.4591	32.6	1.4717	27.3	1.4850	22	1.4988	16.7
1.4593	32.5	1.4720	27.2	1.4853	21.9	1.4991	16.6
1.4595	32.4	1.4722	27.1	1.4855	21.8	1.4993	16.5
1.4598	32.3	1.4725	27	1.4858	21.7	1.4996	16.4
1.4600	32.2	1.4727	26.9	1.4860	21.6	1.4999	16.3
1.4602	32.1	1.4730	26.8	1.4863	21.5	1.5001	16.2
1.4605	32	1.4732	26.7	1.4865	21.4	1.5004	16.1
1.4607	31.9	1.4735	26.6	1.4868	21.3	1.5007	16
1.4609	31.8	1.4737	26.5	1.4871	21.2	1.5009	15.9
1.4612	31.7	1.4740	26.4	1.4873	21.1	1.5012	15.8
1.4614	31.6	1.4742	26.3	1.4876	21	1.5015	15.7
1.4616	31.5	1.4744	26.2	1.4878	20.9	1.5017	15.6
1.4619	31.4	1.4747	26.1	1.4881	20.8	1.5020	15.5
1.4621	31.3	1.4749	26	1.4883	20.7	1.5022	15.4
1.4623	31.2	1.4752	25.9	1.4886	20.6	1.5025	15.3
1.4625	31.1	1.4754	25.8	1.4888	20.5	1.5028	15.2
1.4628	31	1.4757	25.7	1.4891	20.4	1.5030	15.1
1.4630	30.9	1.4759	25.6	1.4893	20.3	1.5033	15
1.4632	30.8	1.4762	25.5	1.4896	20.2		

Tabelle XI.

Staneks Korrektionsstabelle für die mittels des Abbeschen Refraktometers unter und über 20° C gefundenen prozentischen Mengen Wasser.

Temperatur ° C	Wassergehalt									
	95	90	85	80	70	60	50	40	30	25
Zu dem Wassergehalte ist hinzuzuzählen:										
15	0.25	0.27	0.31	0.31	0.34	0.35	0.36	0.37	0.36	0.36
16	0.21	0.23	0.26	0.27	0.29	0.31	0.31	0.32	0.31	0.29
17	0.16	0.18	0.20	0.20	0.22	0.23	0.23	0.23	0.20	0.17
18	0.11	0.12	0.14	0.14	0.15	0.16	0.16	0.15	0.12	0.09
19	0.06	0.07	0.08	0.08	0.08	0.09	0.09	0.08	0.07	0.05
Von dem Wassergehalte ist abzuziehen:										
21	0.06	0.07	0.07	0.07	0.07	0.07	0.07	0.07	0.07	0.07
22	0.12	0.14	0.14	0.14	0.14	0.14	0.15	0.14	0.14	0.14
23	0.18	0.20	0.20	0.21	0.21	0.21	0.23	0.21	0.22	0.22
24	0.24	0.26	0.26	0.27	0.28	0.28	0.30	0.28	0.29	0.29
25	0.30	0.32	0.32	0.34	0.36	0.36	0.38	0.36	0.36	0.37
26	0.36	0.39	0.39	0.41	0.43	0.43	0.46	0.44	0.43	0.44
27	0.43	0.46	0.46	0.48	0.50	0.51	0.55	0.62	0.50	0.51
28	0.50	0.53	0.53	0.55	0.58	0.59	0.63	0.70	0.57	0.59
29	0.57	0.60	0.61	0.62	0.66	0.67	0.71	0.78	0.65	0.67
30	0.64	0.67	0.70	0.71	0.74	0.75	0.80	0.86	0.73	0.75

Beispiele:

Beispiele: 1. Bei 15° C seien gefunden 90 % Wassergehalt.

Temperaturkorrektion: + 0,27

Reduzierter Wassergehalt: 90,27 %

2. Bei 17,5° C seien gefunden 90 % Wassergehalt. Temperaturkorrektion: + 0,15. (Das Mittel zwischen 0,12 und 0,18.)

D. Bestimmung des Aschengehaltes.

Diese wird mit 2—3 g des Saftes nach II. D. (S. 49) ausgeführt.

E. Bestimmung des Invertzuckers.

Bei geringeren Mengen verfährt man nach I. C. a) (S. 17), bei größeren nach I. C. b) (S. 20) bzw. I. C. c) (S. 22).

F. Bestimmung der Raffinose (auch neben Invertzucker).

Da die Raffinose nachweislich aus der Rübe stammt, so ist ihre Anwesenheit in allen Produkten der Zuckerfabrikation möglich. Größere Mengen von Raffinose werden sich aber, wegen der großen Löslichkeit dieser Zuckerart, zumeist nur in Endprodukten und Melassen, hauptsächlich aber in den Produkten der Melassenentzuckerung finden. Für die Analyse derartiger Produkte ist die Raffinoseformel ausge-

arbeitet worden, daher ist auch ihre Anwendung zunächst auf solche Substanzen beschränkt, die, ihrer ganzen Herkunft nach, sicherlich oder wenigstens sehr wahrscheinlich Raffinose enthalten. Untersucht man Substanzen anderen Ursprunges nach dieser Formel, so kann man leicht große Irrtümer begehen, weil manche Nichtzuckerstoffe, insbesondere gewisse Überhitzungs- und Zersetzungsprodukte der Zuckerarten, sich optisch der Raffinose analog verhalten, also Raffinose prozentweise vortäuschen können, wo gar keine solche vorhanden ist. Auch wo derartige Stoffe die Raffinose nur begleiten, wird selbstverständlich die Raffinoseformel schon unsicher, ja unter Umständen unanwendbar.

Die optische Raffinosebestimmung erfolgt nach dem Herzfeldschen Verfahren, und neben dem Werte für Rohrzucker, Z , ergibt sich (s. S. 58)

der Wert für wasserfreie Raffinose $R = \frac{P - Z}{1,852}$. Außer der optischen

Inversionsmethode nach Clerget- Herzfeld sind noch zur quantitativen Bestimmung der Raffinose neben Rohrzucker die Extraktionsmethode von Scheibler¹⁾ (mittels zuckergesättigten Methylalkohols) und die Schleimsäuremethode von Creydt²⁾ vorgeschlagen worden. Beide haben jedoch keinen Eingang in die Praxis gefunden, denn die erstere ist nicht genügend ausgearbeitet, während die letztere zu viel Zeit erfordert (3 Tage) und zudem zwar bei Gemischen von reinem Rohrzucker und reiner Raffinose bis auf einige $\frac{1}{10}$ -Prozente stimmende Zahlen ergibt, bei Zuckern, Sirupen oder Melassen des Fabrikbetriebes aber oft zu großen Differenzen (selbst von einigen ganzen Prozenten) führt. Die Gegenwart anderer, bei der Oxydation gleichfalls Schleimsäure liefernder Stoffe z. B. läßt den Betrag an Schleimsäure viel zu hoch erscheinen; umgekehrt scheidet sich aus sehr unreinen, namentlich an organischen Substanzen reichen Lösungen die Schleimsäure oft überhaupt nicht ab.

Handelt es sich darum, festzustellen, ob z. B. eine optisch als Raffinose bestimmte Substanz wirklich solche ist, so kann die Schleimsäuremethode sehr wertvolle Dienste als Kontrollverfahren leisten; auch hat Ofner³⁾ eine besondere, für den raschen Nachweis der Raffinose brauchbare Methode ausgearbeitet; auf die Einzelheiten derartiger, oft sehr schwieriger Bestimmungen einzugehen, fehlt es jedoch hier an Raum.

Nach der Raffinoseformel können, ihrer Herleitung gemäß, nur solche Produkte untersucht werden, die ausschließlich Raffinose und Rohrzucker, jedoch Invertzucker gar nicht oder höchstens in sehr geringen und deshalb bei den Berechnungen zu vernachlässigenden Mengen enthalten. Für den Fall der Anwesenheit größerer Mengen Invertzucker hat Wortmann⁴⁾ eine Methode ausgearbeitet, die aus der

¹⁾ Ber. 18, 1409; 1885.

²⁾ Vereinszeitschr. 1887, 153; vgl. Lippmann, Chemie der Zuckerarten, 1904, S. 1652.

³⁾ Böhmische Zeitschr. f. Zuckerind. 31, 326; 1907.

⁴⁾ Vereinszeitschr. 1888, 714; 1890, 786.

direkten Polarisation, der Inversionspolarisation und dem nach Meißl-Hiller (vgl. I. C. b), S. 20) unmittelbar bestimmten Invertzuckergehalte die Mengen der genannten drei Bestandteile zu ermitteln gestattet. Nach Baumann¹⁾ wird jedoch bei größerem Invertzuckergehalte die direkte Polarisation ein zu unsicherer Faktor für die Berechnung, und es ist deshalb folgende Methode vorzuziehen: Man bestimmt in der invertierten Flüssigkeit (s. S. 22) nach Herzfelds Methode (mit 0,1625g Substanz) den Gesamtzucker mittels Fehlingscher Lösung; das hierbei reduzierte Kupfer rührt her: 1. von dem aus der Saccharose durch die Inversion entstandenen und dem ursprünglich bereits vorhandenen Invertzucker, 2. von den ebenfalls reduzierend wirkenden Inversionsprodukten der Raffinose. Neben dieser Ermittlung wird (den oben gegebenen Vorschriften entsprechend) die Inversionspolarisation ausgeführt. Die Berechnung geschieht dann nach folgenden Formeln:

$$\text{I.} \quad Z = \frac{582,98 \times \text{Cu} - (\text{I} \times \text{F}_2)}{0,9491 \times \text{F}_1 + 0,3266 \times \text{F}_2}$$

$$\text{II.} \quad \text{R} = 1,054 \times \text{I} + 0,344 \times \text{Z}.$$

In diesen bedeutet:

Z: den Gehalt an Rohrzucker + Invertzucker, letzteren als Rohrzucker gerechnet (Gesamtzucker).

R: den Gehalt an wasserfreier Raffinose.

Cu: die insgesamt ausgeschiedene Kupfermenge.

I: die Inversionspolarisation.

F₁: den Reduktionsfaktor der invertierten Saccharose.

F₂: den Reduktionsfaktor der invertierten Raffinose.

Die Reduktionsfaktoren F₁ und F₂ ermittelt man, indem man in den Tabellen zur Berechnung des Rohrzucker-²⁾, bzw. Raffinosegehaltes³⁾ die gefundene Zahl für Kupfer aufsucht und sie durch die daneben stehende Zahl für Zucker bzw. Raffinose dividiert. Da jedoch die Reduktionsfaktoren nur langsam abnehmen, so braucht man diese Konstanten nicht für jeden Fall zu berechnen, es genügt vielmehr, wenn man dies von 10 zu 10 mg Cu tut. Für die hauptsächlich in Betracht kommenden Kupfermengen von 0,150–0,200 g benutzt man die von Baumann angegebenen vereinfachten Formeln:

$$\begin{array}{l} \text{Cu} = \\ \begin{array}{l} 0,150 \\ 0,160 \\ 0,170 \\ 0,180 \\ 0,190 \\ 0,200 \end{array} \end{array} \quad \left. \begin{array}{l} 248,1 \times \text{Cu} - 0,605 \times \text{I} \\ 248,4 \times \text{Cu} - 0,604 \times \text{I} \\ 248,7 \times \text{Cu} - 0,604 \times \text{I} \\ 249,2 \times \text{Cu} - 0,604 \times \text{I} \\ 249,7 \times \text{Cu} - 0,604 \times \text{I} \\ 250,0 \times \text{Cu} - 0,604 \times \text{I} \end{array} \right\} \text{R} = 1,054 \times \text{I} + 0,344 \text{Z}.$$

¹⁾ Vereinszeitschr. 1888, 741.

²⁾ Vereinszeitschr. 1888, 714; 1890, 786.

³⁾ Vereinszeitschr. 1888, 741.

Will man außer dem Gesamtzucker auch die als solche vorhandene Saccharose bestimmen, so führt man noch eine direkte Invertzuckerbestimmung nach Meißl-Hiller (s. S. 20 ff.) aus, wobei man, zur Berechnung des Hillerschen Faktors F, statt der direkten Polarisation den nach obigen Formeln ermittelten Gesamtzuckergehalt benutzt. Von dem so festgestellten Invertzuckergehalte bringt man dann zur Umrechnung auf Saccharose $\frac{1}{20}$ in Abzug (vgl. die Anmerkung S. 22) und findet, durch Subtraktion der so erhaltenen Zahl von der des Gesamtzuckers, den in der Substanz vorhandenen Rohrzucker.

Zur Erläuterung der obigen Formeln diene folgendes Beispiel:

Ein Sirup ergab bei der Untersuchung:

1. Inversionspolarisation: $I = -8,5$;
2. Kupfer nach der Inversion von 0,1625 g Substanz: $Cu = 0,184$ g;
3. Kupfer vor der Inversion (direkte Invertzuckerbestimmung) von 2 g Substanz: $Cu_1 = 0,250$ g.

Behufs Benutzung der allgemeinen Formel (S. 68) für den Gesamtzucker hätte man aus den entsprechenden Tabellen die Faktoren $F_1 = \frac{184}{93,1}$ und $F_2 = \frac{183,6}{130}$ zu entnehmen und einzusetzen; man kann jedoch auch, ohne einen wesentlichen Fehler zu begehen, die oben (S. 68) für $Cu = 0,180$ angegebene vereinfachte Formel anwenden. Danach ist:

$$Z = 249,2 \times 0,184 - 0,604 \times (-8,5) = 50,98,$$

$$R = 1,054 \times (-8,5) + 0,344 \times 50,98 = 8,58.$$

Um das Verhältnis von Saccharose (S) zu Invertzucker (I) zu ermitteln, setzen wir nach Hiller:

$$I = \frac{100 \frac{Cu_1}{2}}{p} = 6,25$$

also

$$S + I : I = 50,98 : 6,25 = 100 : 12$$

$$S : I = 88 : 12$$

$$I = \frac{0,250 \times 52,6}{2} = 6,58.$$

Hiervon wird behufs Umrechnung auf Saccharose $\frac{1}{20}$ in Abzug gebracht und somit 6,25 vom Gesamtzucker abgezogen.

$$S = 50,98 - 6,25 = 44,73.$$

Der untersuchte Sirup enthielt also:

44,73 % Rohrzucker,
6,58 - Invertzucker,
8,58 - Raffinose

G. Bestimmung der Farbe.

Hierfür gilt das unter II. G. (S. 53) Gesagte.

H. Bestimmung der Alkalität.

10 ccm des Saftes werden mit Phenolphthalein-Neutralwasser verdünnt und mit $\frac{1}{28}$ N.-Säure unter Anwendung von Phenolphthalein als Indikator titriert. Vgl. II. F. (S. 51).

Der Kalkgehalt wird, je nach der Kalkmenge, in 5–15 g des Saftes nach den Angaben auf S. 52 ermittelt.

IV. Füllmassen.

A. Bestimmung der Trockensubstanz bzw. des spezifischen Gewichtes.

Eine genaue Ermittlung der Trockensubstanz bzw. des ihr entsprechenden spezifischen Gewichtes ist allein durch Austrocknen möglich, und dieses ist unerlässlich, wenn die Kenntnis der Trockensubstanz (bzw. der entsprechenden Brixgrade) der Berechnung der Reinheit zugrunde gelegt werden soll, da bei Füllmassen die scheinbaren und wirklichen Reinheiten oft schon sehr erheblich und nicht stets im gleichen Sinne differieren. Die sorgfältigst bereitete Mischung von 2–3 g Füllmasse und 50 g Sand wird 15 Minuten bei 70° vor- und (nach nochmaligem Mengen) 6–8 Stunden bei 105–110° im Luft- oder Vakuum-Trockenschrank fertig getrocknet; bei weiterem Trocknen durch 2 Stunden darf das Gewicht höchstens noch um 0,1 % abnehmen.

Sachs¹⁾ verfährt in folgender, stets genau gleichbleibender Weise: Man löst 78 g der völlig homogenen Füllmasse (das dreifache Normalgewicht) in 300 ccm Wasser, verrührt 10 ccm der Lösung mit 12–15 g Sand in einem Schälchen und trocknet zunächst bei 100°, dann langsam ansteigend bei 100–107°, bis nach einigen Stunden Gewichtskonstanz erreicht ist. Reagiert eine Füllmasse sauer, was in der Praxis zuweilen vorkommt, so hat man mit einer titrierten Sodalösung zu neutralisieren und deren (bekannten) Trockensubstanzgehalt bei der Berechnung zu berücksichtigen; nach Pellet²⁾ kann man sich mit Vorteil statt der Soda auch des Ammoniaks bedienen.

Genaue Ergebnisse, die den durch Austrocknen der Füllmasse ermittelten sehr nahe kommen, kann man mittels des Abbeschen Refraktometers erhalten; die Füllmasse ist zu diesem Zwecke in einer bestimmten Menge Wasser (am besten in einem gleich großen Gewichte) zu lösen und, wie unter III. A. angegeben, zu untersuchen, worauf man

¹⁾ Sucrerie Belge 29, 313; 1901: Österr.-Ungar. Zeitschr. 1901, 366.

²⁾ Sucrerie indigène 57, 579; 1901.

unter Berücksichtigung der zugesetzten Wassermenge das Resultat berechnet.

Ist nur eine annähernd genaue Ermittlung des spezifischen Gewichtes einer Füllmasse erforderlich (wie oft im Fabrikbetriebe), so bedient man sich häufig einer pyknometrischen Methode, die ursprünglich von Sidersky¹⁾ speziell für Melasse angegeben wurde. Die Füllmasse wird hierbei auf dem Wasserbade bis zur Dünnpfässigkeit erwärmt und in diesem Zustande in das trocken gewogene, vorher entsprechend angewärmte Maßkölbchen (ein oberhalb der Marke abgesprengtes 50-ccm-Kölbchen) gebracht; man füllt bis etwas unterhalb der Marke, kühlt auf Normaltemperatur (20° C) ab und wägt. Sodann überschichtet man langsam und sehr vorsichtig, so daß keinerlei Vermischung eintritt, mit Wasser von 20° C bis zur Marke; hat man n ccm Wasser verbraucht, so ist $50 - n$ das Volumen der angewandten Füllmasse, und da man deren Gewicht ebenfalls ermittelt hat, so läßt sich ihr spezifisches Gewicht ohne weiteres berechnen. Wie man sieht, ist die Genauigkeit des Resultates davon abhängig, daß die eingefüllte Masse völlig homogen, also vor allem frei von Luftblasen ist; dies läßt sich aber nur außerordentlich schwer mit Sicherheit erreichen und erkennen, so daß die Fehlergrenze dieser so beliebten Methode eine keineswegs enge ist, namentlich bei auf Korn gekochten Füllmassen.

Für bloß vergleichende Bestimmungen (z. B. zu Zwecken der täglichen Betriebskontrolle) ist es hinreichend, die Spindelung einer Lösung von 26 g Füllmasse, zu 100 ccm gelöst, zu ermitteln oder jedesmal eine gewisse größere Menge der Füllmasse (z. B. 200 g) in einem tarierten Becherglase oder Metallgefäße in warmem Wasser zu lösen, nach dem Abkühlen auf Normaltemperatur mit noch etwas Wasser auf genau das doppelte Gewicht (also 400 g) zu verdünnen und die Grade Brix dieser Lösung zu bestimmen; man multipliziert das Resultat mit 2 und ersieht das spezifische Gewicht aus Tabelle V. Da man bei diesem Verfahren den Einfluß der Kontraktionsverhältnisse vernachlässigt, so sind die Ergebnisse, auch wenn man stets in genau der nämlichen Weise verfährt, niemals wirklich zuverlässige; außerdem erhält man, je nach dem Grade der Verdünnung, auch beim nämlichen Produkte sehr verschiedene Resultate; es wird sich z. B. die Reinheit fast immer desto höher ergeben, in je größerer Verdünnung die scheinbare Trockensubstanz (bzw. die Grade Brix) ermittelt wurden.

B. Bestimmung des Zuckergehaltes.

Man löst das Normalgewicht der Füllmasse in der Tarierschale mit warmem Wasser, bringt verlustlos in den 100-ccm-Kolben, kühlt ab, klärt mit der nötigen Menge Bleiessig (3—4 ccm) und verfährt zur Ausführung der Polarisation in bekannter Weise; das nämliche gilt für die Ausführung der Inversionsmethode.

¹⁾ Vereinszeitschr. 1881, 192.

C. Bestimmung der Raffinose.

Diese erfolgt nach III. F. (S. 66).

D. Bestimmung des Invertzuckers.

Man verfährt nach den unter I. C. (S. 15) gegebenen Methoden. Löst man 44 g der Füllmasse unter Zusatz von neutralem Bleiacetat zu 200 ccm, versetzt 100 ccm des Filtrates (entsprechend 22 g Füllmasse) mit 10 ccm Sodalösung und verwendet von diesem Filtrate 50 ccm, so entsprechen diese 50 ccm gerade 10 g der ursprünglichen Substanz. Zur Berechnung dient dann die Tabelle I.

E. Bestimmung des Wassergehaltes.

Diese erfolgt wie unter IV. A. angegeben. Den Reinheitsquotienten berechnet man nach II. C. (S. 47).

F. Bestimmung des Aschengehaltes.

3 g der Füllmasse werden nach Scheiblers Methode verascht. Vgl. II. D. (S. 49).

G. Bestimmung der Alkalität.

Zu dieser dienen 10 g der Füllmasse in reichlich verdünnter Lösung nach II. F. (S. 51).

Über die Bestimmung des Kalkgehaltes vgl. III. H. (S. 70).

H. Bestimmung der Farbe.

Hierfür gilt das unter II. G. (S. 53) Gesagte.

I. Bestimmung des Gehaltes an Krystallen.

Von den verschiedenen indirekten Methoden¹⁾ hat, teils infolge der schwierigen Handhabung, teils wegen der zeitraubenden Arbeitsvorschriften, keine allgemeinen Eingang in die Praxis gefunden. Am angemessensten ist deren Zwecken entschieden die Versuchszentrifuge, da sie Sirup und Krystalle unter denselben Bedingungen zu trennen gestattet, die auch im Fabrikbetriebe vorliegen, die Krystalle in jeder gewünschten Reinheit (als Rohzucker oder weißen Krystallzucker) liefert und eine direkte Wägung ermöglicht; eine passende Zentrifuge (auch mit elektrischem Antriebe) nach Konstruktion von Brumme ist durch die Firma F. Rasmus in Magdeburg in guter Ausführung zu beziehen.

¹⁾ Eine Zusammenstellung s. Vereinszeitschr. 1894, 892.

Statt der Zentrifuge bedienen sich manche Fabriken auch geeigneter Nutschvorrichtungen; andere begnügen sich damit, die Krystalle und den Sirup in stets gleichbleibender Weise durch einfaches Abtropfen auf Drahtsieben oder in Drahtdüten nach Möglichkeit voneinander zu trennen.

V. Zucker.

(Rohzucker, raffinierte Zucker, Nachprodukte.)¹⁾

A. Bestimmung des Zuckergehaltes.

Das Normalgewicht der auf die Temperatur des Arbeitsraumes abgekühlten, gut durchgemischten Probe (26 g) wird in der Tarieschale mit warmem²⁾ Wasser gelöst und in den für wahre com $\left(s = \frac{20}{4}\right)$ geeichten 100-ccm-Kolben gebracht. Die Klärung der abgekühlten Lösung erfolgt bei Rohzuckern und Nachprodukten durch tropfenweisen Zusatz von Bleiessig bis zum Aufhören der Fällung (bei Erstprodukten etwa 1 ccm, bei Nachprodukten etwa 2—3 ccm; vgl. auch S. 7), sowie durch Zugabe von etwa 1 ccm Tonerdehydratbrei, bei reinen Zuckern allein mit 3—5 ccm Tonerdehydratbrei. Dieser wird nach Scheiblers Vorschrift bereitet, indem man eine nicht zu konzentrierte Lösung von schwefelsaurer Tonerde oder Alaun mit einem Überschuß von Ammoniak versetzt, den Niederschlag absitzen läßt und ihn durch Dekantation oder durch Entfernen der überstehenden Flüssigkeit mittels eines Hebers so lange auswäscht, bis alle Salze und das Ammoniak verschwunden sind, und Lackmuspapier nicht mehr gebläut wird. Den reinen, durchaus homogenen Tonerdebrei verwahrt man in gut verschließbaren Flaschen und schüttelt vor dem Gebrauche stets gründlich um. Nach Baumann³⁾ kann man sich Tonerdebrei sehr schnell sofort in reinem Zustande darstellen, indem man mittels des elektrischen Stromes (z. B. jenes einer Beleuchtungsanlage) Wasser unter Anwendung von Aluminiumelektroden zersetzt.

Nach der Klärung wird die auf 20° abgekühlte Zuckerlösung zur Marke aufgefüllt, wobei Schaumblasen durch Ätherdampf oder 1—2 Tropfen absoluten Alkohols niederzuschlagen sind, durchgeschüttelt, in ihrer Gänze filtriert und bei 20° im 200-mm-Rohre polarisiert).

Den wahren Rohrzuckergehalt bei Gegenwart von Raffinose oder (größeren Mengen) Invertzucker bestimmt man nach der auf S. 66 ff. ausführlich besprochenen optischen Inversionsmethode.

¹⁾ Siehe die „Arbeitsvorschrift“ des „Instituts für Zuckerindustrie“, auch abgedruckt in der „Anweisung“ (Berlin 1910, S. 27), sowie die Vorbemerkung auf S. 4.

²⁾ Nach den „Beschlüssen der im Dienste der österr.-ungarischen Zuckerindustrie tätigen Chemiker“ ist beim Auflösen künstliche Erwärmung unzulässig.

³⁾ Korrespondenzblatt 1893, Nr. 10.

B. Bestimmung des Wasser- und Nichtzuckergehaltes.

5 g des Zuckers werden in einer tarierten Nickelschale im Vakuum-Trockenschrank 2—3 Stunden bei 110° C bis zum konstanten Gewichte getrocknet.

Durch Subtraktion der für Zucker + Wasser gefundenen Prozente von 100 erhält man den Gesamtnichtzucker¹⁾.

C. Bestimmung des Aschengehaltes.

3 g des Zuckers werden nach der Scheiblerschen Methode (siehe S. 49) verascht. Der Gesamtnichtzucker, um den Aschengehalt vermindert, ergibt den organischen Nichtzucker.

Enthalten Zucker, besonders Nachprodukte, erhebliche Mengen mechanischer Verunreinigungen, so löst man zur Bestimmung des wirklichen Aschengehaltes ein abgewogenes Quantum in einer bestimmten Menge Wasser, filtriert, dampft einen aliquoten Teil des Filtrates in dem Veraschungsschälchen ein und verascht dann unter Zusatz von Schwefelsäure. Man kann jedoch auch die Lösung durch ein gewogenes Filter filtrieren und den Rückstand bestimmen. — Bei Handelsanalysen ist jedoch diese Berücksichtigung der mechanischen Verunreinigungen nicht statthaft.

D. Bestimmung des Invertzuckers.

Diese erfolgt nach den unter I. C. (S. 15 ff.) beschriebenen Methoden; ein Gehalt von weniger als 0,05 % Invertzucker kann nicht mit Sicherheit bestimmt werden.

In Österreich-Ungarn erfolgt, gemäß den wiederholt angeführten „Beschlüssen“, der qualitative Nachweis von Invertzucker in Rohzuckern mittels Soldainischer Lösung; man löst 10 g des Zuckers in 25 ccm Wasser, versetzt mit 100 ccm der Kupferlösung und kocht 5 Minuten lang auf, vom Beginne des Siedens an gerechnet. Die Soldainische Lösung wird bereitet, indem man 15 g gefälltes Kupfercarbonat und 416 g Kaliumbicarbonat in 1400 ccm Wasser löst oder auch die entsprechende Menge Kupfervitriol in die Kaliumbicarbonatlösung einträgt²⁾.

E. Bestimmung der Raffinose.

Der Gehalt an Raffinose wird nach erfolgter Inversion (s. S. 58) aus der S. 59 angegebenen Formel berechnet. Es sei hier nochmals daran erinnert, daß es nach Herzfeld³⁾ geboten ist, die Anwendung

¹⁾ Eine Methode zur Wasserbestimmung mittelst des Eintauch-Refractometers schlug Staňek vor (Böhm. Zeitschr. f. Zuckerind. 35, 57; 1910).

²⁾ Vereinszeitschr. 1889, 933; 1890, 792.

³⁾ Vereinszeitschr. 1890, 167.

der Raffinoseformel auf solche Zucker zu beschränken, in denen von vornherein die Anwesenheit von Raffinose mit Grund vermutet werden kann, also vorzugsweise auf die der Melassenenzuckerung entstammenden Produkte; ferner muß man von einer Bestimmung der Raffinose mittels der einfachen Inversionsmethode in mehr als 2 % Invertzucker enthaltenden Produkten absehen¹⁾ (vgl. S. 67).

F. Bestimmung der Farbe.

Hierfür gilt das unter II. G. (S. 53) Gesagte.

G. Bestimmung der Alkalität.

Jeder Rohzucker sollte gegen Phenolphthalein, mindestens aber gegen Lackmus deutlich alkalisch reagieren, weil im allgemeinen die Haltbarkeit und Lagerfestigkeit neutraler oder gar saurer Zucker eine sehr geringe ist, und leicht große Verluste entstehen, wenn dergleichen Rohzucker längere Zeit aufbewahrt werden müssen.

Die qualitative Prüfung kann geschehen, indem man einige Krystalle auf rotes Lackmuspapier bringt und mit Wasser befeuchtet, wobei sich an der Berührungsstelle deutliche Blaufärbung ergeben soll. Schärfer ist die Prüfung mittels Phenolphthalein, da viele, mit Lackmus alkalisch oder noch neutral befundene Rohzucker, mit diesem richtiger charakterisierenden Reagens untersucht, schon sauer erscheinen und so ihre minderwertige Beschaffenheit zu erkennen geben. Die quantitative Bestimmung der Alkalität ist selten erforderlich; vorkommenden Falles titriert man 10 g des Zuckers, in einer reichlichen Menge neutralen Wassers gelöst, mit der $\frac{1}{28}$ Normalsäure.

Was die besonderen Handelsgebräuche einzelner Länder anbelangt, so schreiben in Österreich-Ungarn die „Beschlüsse“ vor²⁾, Lackmus als Indikator anzuwenden und genau anzugeben, ob der Zucker alkalisch, sauer, oder neutral reagiert. In Deutschland steht zurzeit eine zwischen den Zuckerfabrikanten und Zuckerhändlern vereinbarte, von Herzfeld³⁾ ausgearbeitete Vorschrift in Kraft, zu deren Innehaltung sich die für den Zuckerhandel tätigen Handelschemiker verpflichtet haben. Der Wortlaut dieser vielumstrittenen Vorschrift, auf deren Kritik an dieser Stelle natürlich nicht eingegangen werden kann, ist nachstehender:

„Zur Ausführung der Alkalitätsbestimmung benötigt man einer Reihe von Flüssigkeiten, deren Herstellung zunächst beschrieben werden soll.

¹⁾ Vgl. die Ausführungsbestimmungen z. Zuckersteuergesetz v. 27. Mai 1896, § 2, Absatz 5 und Anlage B. II.

²⁾ Österr.-Ungar. Zeitschr. 1901, 666.

³⁾ Vereinszeitschr. 1902, 115, vgl. 1907 (I), 246 ff.

1. Eine konzentrierte Phenolphthaleinlösung. Die konzentrierte Phenolphthaleinlösung wird hergestellt durch Lösen käuflichen Phenolphthaleins in 90 proz. Alkohol, und zwar im Verhältnis 1:30.

Bei der Untersuchung sollen von dieser Lösung auf je 100 ccm Flüssigkeit 2 Tropfen genommen werden.

Das käufliche Phenolphthalein ist mehr oder weniger sauer reagierend, worauf jedoch keinerlei Rücksicht genommen wird. Die Phenolphthaleinlösung wird nicht neutral oder schwach alkalisch gemacht.

2. Das Lösungswasser. Zur Bereitung des Lösungswassers wird eine größere Menge frisch ausgekochten destillierten Wassers mit $\frac{1}{2000}$ seines Volumens an Phenolphthaleinlösung (also z. B. 10 L. Wasser mit 5 ccm der Phenolphthaleinlösung) versetzt und darauf mit Natronlauge so stark alkalisch gemacht, bis eine anhaltende deutliche Rotfärbung der Flüssigkeit eintritt. Da diese Rotfärbung nach 1—3 Tagen wieder verschwindet, soll man immer nur eine für einen solchen Zeitraum ausreichende Menge des Lösungswassers herstellen. Dasselbe muß jedoch immer mehrere Stunden vor dem Gebrauch bereitet worden sein.

3. Die Probesäure. Die Probesäure wird so eingestellt, daß 1 ccm derselben einer Kalkalkalität von 0,0001 entspricht. Man stellt die Lösung mit genügender Genauigkeit her, indem 36 ccm $\frac{1}{1}$ Normal-schwefelsäure mit Wasser bis zu einem Volumen von 10 Liter verdünnt werden.

4. Die Probelaug. Als Probelaug dient Natronlauge, welche derartig verdünnt ist, daß, wie bei der Schwefelsäure, 1 ccm einer Kalkalkalität von 0,0001 entspricht. Für den vorliegenden Zweck genügt es, die entsprechend verdünnte Natronlauge gegen die, wie oben angegeben, bereitete Probesäure einzustellen.

5. Die Alkalitätsbestimmung. Für die Prüfung des Rohzuckers auf Alkalität wägt man sich einerseits 10 g Rohzucker ab, andererseits mißt man 100 ccm des schwach geröteten Lösungswassers, dessen Bereitung unter 2. beschrieben wurde, ab und neutralisiert dasselbe in einer weißen Porzellanschale zunächst möglichst genau bis zur Farblosigkeit mit der unter 3. beschriebenen Probesäure. Darauf setzt man so viel von der Probelaug hinzu, daß die Flüssigkeit wiederum schwach rötlich gefärbt erscheint.

Die Färbung soll jedoch nur so stark sein, daß sie durch Zusatz eines Kubikzentimeters der Probesäure wieder zum Verschwinden gebracht werden kann.

Nunmehr werden ohne Verzug die bereits vorher abgewogenen 10 g Rohzucker in der Flüssigkeit aufgelöst. Bleibt die Rotfärbung des Wassers beim Lösen des Zuckers bestehen, oder wird sie stärker, so ist der Zucker alkalisch, verschwindet dieselbe, so ist er sauer.

In Zweifelsfällen überzeugt man sich durch Titrieren mit Probesäure oder Probelaug, nach welcher Richtung der Farbenumschlag eintritt.

Bei dunklen Zuckern genügen in der Regel 100 ccm des Lösungswassers nicht, es muß vielmehr so viel Wasser verwendet werden, bis die Zuckerlösung hell genug erscheint, um die Titration ausführen zu können.

Schließlich sei ausdrücklich bemerkt, daß bei Anwendung dieser Methode die neutralen Zucker mit zu den alkalischen gerechnet werden.“

H. Prüfung auf schweflige Säure.

Zur Entfärbung oder Reinigung der Rübensäfte wird häufig schweflige Säure benutzt, wobei nicht selten kleinere oder größere Mengen schwefligsaurer Salze in die Rohzucker übergehen, während zuweilen sogar freie Schwefligsäure vorhanden ist. Wird der Nachweis dieser Verbindungen verlangt, so löst man 10 g des Zuckers in ca. 30 ccm Wasser und fügt ein Stückchen chemisch reinen Zinks oder etwas Magnesiumdraht und 5 ccm chemisch reiner Salzsäure hinzu; bei Gegenwart von schwefliger Säure wird dann Schwefelwasserstoff entwickelt, der sich oft schon durch den Geruch, jedenfalls aber durch die Bräunung eines mit Bleizuckerlösung befeuchteten Filtrierpapiers zu erkennen gibt; ein sog. blinder Versuch, ohne Zuckerzusatz, dient zur Kontrolle. Nach Davidsen¹⁾ löst man 1—1,5 g Zucker in ca. 2 ccm sehr verdünnter Stärkelösung und setzt einige Tropfen Jodsäurelösung hinzu: auftretende Blaufärbung deutet auf Anwesenheit von schwefliger Säure hin.

Die quantitative Bestimmung der Sulfite nimmt Sachs²⁾ nach einer etwas abgeänderten Methode Pellets vor. Man versetzt 100 ccm der 10—15proz. Lösung mit etwas Essigsäure und einigen cg Natriumbicarbonat, titriert mit Jodlösung (1 ccm = 0,01 g Jod) unter Anwendung von Stärkelösung als Indikator und betrachtet (da 127 g Jod 126 g Na_2SO_3 entsprechen) die Menge verbrauchten Jodes als gleich jener der Sulfite; zur Kontrolle stellt man einen Parallelversuch mit einer bestimmt sulfitfreien Substanz an.

I. Bestimmung des Gehaltes an Krystallen.

Hierfür sind die unter IV. I. (S. 72) beschriebenen Methoden anwendbar; die Gleichmäßigkeit bzw. Verschiedenheit der Korngrößen läßt sich mittels Normalsiebsätzen zahlenmäßig feststellen.

Das sehr beachtenswerte Auswaschverfahren von Koydl³⁾ hat bisher keinen Eingang in die große Praxis gefunden.

¹⁾ Chem.-Ztg. 11, Rep. 204; 1887.

²⁾ Österr.-Ungar. Zeitschr. 1901, 366.

³⁾ Ebenda 35, 277; 1906, und 37, 634; 1908.

K. Berechnung des Rendements.

Unter „Rendement“ oder Raffinationswert versteht man eine Zahl, die angeben soll, welche Menge an krystallisierter weißer Ware durch Raffination eines Rohzuckers zu gewinnen oder „auszubringen“ sei. Wenngleich es feststeht, daß die Ermittlung des sog. Rendements sowohl in wissenschaftlicher wie in praktischer Hinsicht keinerlei Wert besitzt, so hat der Handel dennoch das sog. „Aschenrendement“ allgemein angenommen und beibehalten. Man berechnet dieses Rendement, indem man von der Polarisierung den fünffachen Aschengehalt abzieht und dabei von der Annahme ausgeht, daß allein der Aschengehalt melassenbildend wirke, daß je 1 Teil Asche 5 Teile Zucker am Krystallisieren hindere, und daß die physikalischen Eigenschaften des Rohzuckers sowie die Art des Raffinationsprozesses keinen Einfluß auf die Ausbringbarkeit hätten. Alle diese Voraussetzungen sind allgemein als unrichtig anerkannt, und der Handel behält das Aschenrendement nur deshalb bei, weil Zucker und Asche rasch und ohne allzugroße Differenzen bestimmt werden können.

Ein etwa vorhandener Invertzuckergehalt kommt jedoch bei der Rendementsberechnung ebenfalls in Betracht; die Faktoren, mit denen er multipliziert und vom Aschenrendement abgezogen werden soll, stehen jedoch nicht allerorten gleichmäßig fest und sind überhaupt ebenfalls rein willkürlich.

Das sog. „neue Rendement“, dessen Berechnung erfolgte, indem man vom Polarisationsbetrage das Produkt (Gesamtinichtzucker \times 2,25) in Abzug brachte, hat sich im Handel nicht behaupten können.

VI. Melasse, Abläufe, Muttersirupe.

A. Bestimmung des spezifischen Gewichtes.

Die genaue Ermittlung des spezifischen Gewichtes geschieht mit Hilfe des Pyknometers. Vor dem Einfüllen in dieses ist es jedoch erforderlich, die mechanischen Verunreinigungen aller Art aus der Masse zu entfernen und sie durch Erwärmen (das aber bei Muttersirupen erst nach dem Abnutschen von der Füllmasse erfolgen darf) luftfrei und genügend leichtflüssig zu machen. Man bedient sich zu diesem Zwecke eines durch einen Glasstab verschlossenen Trichters, den man mit Melasse beschickt und in ein geeignetes, mit siedendem Wasser gefülltes Gefäß (Wasserbad) einhängt; nach einiger Zeit wird die Melasse dünnflüssiger, und die eingeschlossenen Luftblasen steigen an die Oberfläche empor, wo sie mit dem größten Teil der Verunreinigungen einen zähen, dichten Schaum bilden, während Sandteilchen u. dgl. sich auf dem Boden absetzen. Nach längstens 30 Minuten hebt man den Trichter von dem Wasserbade ab und läßt, nach Entfernung des zuerst auslaufenden

Anteiles, die Melasse in dünnem Strahle in das vorher leicht erwärmte Pyknometer fließen. Um dem Übelstande der Wasserverdunstung bei lang andauerndem Erwärmen stark lufthaltiger Melassen zu begegnen, wird ein verschleißbarer kupferner Melasseentlifter mit Doppelwandung und Abflußbahn empfohlen¹⁾, der sich gut bewährt hat.

Bei Anwendung eines 50-ccm-Kölbchens als Pyknometer erfolgt die Bestimmung des spezifischen Gewichtes nach der bereits auf S. 71 beschriebenen Methode von Sidersky. Für den vorliegenden besonderen Zweck hat Boot²⁾ eine Modifikation vorgeschlagen: Man füllt hierbei das 50-ccm-Kölbchen nach dem Erkalten nicht mit Wasser, sondern mit einer Lösung von kohlensaurem Kalium von 35,45 % = 1,400 spez. Gewicht auf und wägt. Das gefundene Nettogewicht, mit 2 multipliziert, ergibt unmittelbar das spezifische Gewicht der Melasse, und zwar desto genauer, je weniger es vom annähernden Durchschnittswert 1,400 abweicht.

Resultate von fast wissenschaftlicher Genauigkeit liefert die Methode von Genieser³⁾. Sie vermeidet das vorherige Entlften der Melasse und die Ungenauigkeit des Abmessens, indem die mäßig angewärmte und mittels Durchseihens durch ein Drahtnetz von Unreinigkeiten befreite Melasse im Kölbchen selbst entluftet und die Menge des über die Melasse geschichteten Wassers nicht durch Messen, sondern durch Wägen ermittelt wird. Das bei der Entlüftung entweichende Wasser kann hierbei offenbar keinen Fehler verursachen, da das Kölbchen schließlich wieder mit Wasser gefüllt und die Gewichtszunahme gegenüber der ursprünglichen, nicht erhitzten Melasse bestimmt wird.

Baumann⁴⁾ empfiehlt das Verfahren von Genieser unter Anwendung eines von ihm angegebenen Pyknometers (Fig. 4)⁵⁾. Dieses ist ein zylindrisches Kölbchen von ca. 30 ccm Inhalt, verschlossen mittels eines durchbohrten Glasstopfens, der oben zu einer etwa 2 cm langen Kapillarröhre verjüngt ist. Auf letztere ist eine kleine Glaskappe aufgeschliffen. Um den Inhalt des Pyknometers zu ermitteln, füllt man es nach Abnahme des Stopfens mit Wasser von 20° C und setzt dann den Stopfen ein, wobei das überschüssige Wasser herausgedrängt und die Kapillare mit Wasser gefüllt wird; eine auf dem Röhrchen befindliche kleine Wasserkuppe wischt man glatt ab, setzt die Glaskappe auf, trocknet ab und wägt. Nun füllt man das trockene Gläschen zu $\frac{1}{2}$ — $\frac{2}{3}$ mit Melasse (ohne sie vorher entluftet zu haben), ermittelt das Gewicht und stellt dann das Kölbchen in ein siedendes Wasserbad, um die Luftblasen zu vertreiben. Die Melasse im Kochsalzbade bis zum völligen Sieden zu erhitzen, wie Genieser rät, ist wegen der Möglichkeit eintretender Zersetzungen nicht zu empfehlen. Sobald der Sirup frei

1) Korrespondenzblatt 1893, Nr. 9.

2) Vereinszeitschr. 1897, 455.

3) Deutsche Zuckerindustrie 1890, 168.

4) Korrespondenzblatt 1891, Nr. 1.

5) Die Pyknometer können durch das Vereinslaboratorium in Berlin bezogen werden.

von Luftblasen ist und nur auf der Oberfläche feinen Schaum zeigt, kühlt man auf Normaltemperatur ab, füllt mit Wasser von 20° nach, verschließt das Pyknometer, wie oben angegeben, wägt und berechnet aus dem Ergebnisse das Volumen der Melasse.

Die dem gefundenen spezifischen Gewichte entsprechenden Grade Brix oder Baumé werden aus Tabelle V entnommen; da der Nichtzucker der Melasse die Befunde in hohem Grade beeinflusst, so ist die Benutzung dieser für reine Zuckerlösungen ermittelten Tabelle freilich eine willkürliche und rein konventionelle.

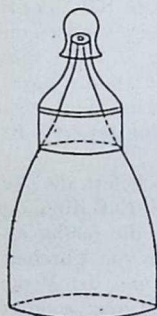


Fig. 4.

Die Untersuchung mittels des Abbeschen Refraktometers auf Trockensubstanz bzw. spezifisches Gewicht läßt sich bei sehr dunklen Produkten nicht immer ohne weiteres ausführen, da die Ablesung infolge der Färbung der Lösung schwierig wird, und es ist daher häufig eine Verdünnung der Melassen oder Sirupe notwendig, am besten auf ihr doppeltes Gewicht.

Die beim Verdünnen mit Wasser eintretenden und oft recht störenden Kontraktionen lassen sich vermeiden, wenn man nach Tischtschenko¹⁾ anstatt des Wassers konzentrierte reine Zuckerlösung (von etwa 50%) benutzt, denn ein Gemenge von z. B. gleichen Teilen Melasse und 50 proz. Zuckerlösung ist nicht nur stets hell genug, sondern besitzt auch eine entsprechend erhöhte Reinheit, die wieder genauere Resultate gewährleistet; die Menge des zugesetzten Zuckers ist natürlich bei der Ausrechnung in Anschlag zu bringen.

Die Bestimmung der Brixgrade durch die praktisch bequeme, aber weniger genaue „Verdünnungsmethode“, wie sie in den Ausführungsbestimmungen zum Zuckersteuergesetze (Anlage A. 2a) vorgeschrieben und für viele Zwecke (z. B. für die des Melassenhandels) auch ausreichend ist, wird in der nämlichen Weise wie bei den Füllmassen vorgenommen.

B Bestimmung des Zuckergehaltes.

a) Zur direkten Polarisation wägt man das halbe Normalgewicht (13 g) in der tarierten Neusilberschale ab, verrührt in dieser mit warmem Wasser und spült in den 100-ccm-Kolben. Zur Klärung sind mindestens 7—8, oft bis 10 ccm Bleiessig erforderlich. Nach dem Auffüllen zur Marke wird gut durchgeschüttelt, völlig klar filtriert und polarisiert. Das Ergebnis ist mit 2 zu multiplizieren. Der Ersatz des Bleiessigs durch andere Mittel hat sich bisher nicht bewährt, doch ist auch hier, nach Prinsen-Geerligs und F. Sachs, stets nur das erforderliche Minimum zuzufügen, und zwar zur neutralen oder schwach sauren

¹⁾ Vereinszeitschr. 59, 103; 1909.

Lösung, die im Bedarfsfalle durch Sodalösung wieder entbleit wird ¹⁾.

b) Die Ermittlung des wahren Rohrzuckergehaltes neben Invertzucker und Raffinose erfolgt genau in der unter III. B. S. 58 ff. beschriebenen Weise nach der optischen Inversionsmethode. Die für die Berechnung erforderlichen Formeln sind in Tabelle IX wiedergegeben.

Enthalten Melassen (und ähnliche Substanzen) große Mengen gewisser Salze, namentlich auch organischer, so kann es vorkommen, daß die vollständige Inversion gemäß der üblichen Vorschrift binnen fünf Minuten nicht gelingt; in solchen Fällen erhöht man nach Hinze ²⁾ die Menge der Salzsäure auf 6 ccm und steigert nach Koydl ³⁾ die Temperatur auf 75—80°. Über die Inversion nach der Methode von Andrlík und Stanek siehe unten bei „Osmosewasser“.

Melassen (und ähnliche Substanzen), die einen hohen Gehalt an Raffinose besitzen, wie er z. B. den Produkten der Melassenentzuckerung eigen ist, können in der Regel ohne Entfärbung mittels gereinigter Knochenkohle oder Blutkohle nicht untersucht werden. Diese Zusätze bedingen jedoch, nach den Untersuchungen von Reinhardt ⁴⁾ und Wiske ⁵⁾, infolge gewisser Absorptionserscheinungen ⁶⁾ oft beträchtliche Differenzen, die einer Korrektur bedürfen: die Fehler werden erfahrungsgemäß in einer für praktische Zwecke genügenden Weise ausgeglichen, wenn man, etwa von 3 % Raffinosegehalt an und unabhängig vom Zuckergehalte der Lösung, von der nach der Inversion gefundenen Linksdrehung für jedes Prozent Raffinose 0,1 % absetzt. Angenommen ist hierbei, daß auf die das halbe Normalgewicht enthaltende Lösung 3 g reiner Kohle 5 Minuten lang zur Einwirkung gelangten.

Betreffs der Anwendung basischen Bleinitrates als Klärmittel siehe unten bei „Osmosewasser“.

C. Bestimmung des Wasser- bzw. Nichtzuckergehaltes.

Die „wirkliche“ Trockensubstanz wird in derselben Weise wie bei den Füllmassen bestimmt, wobei man auf 2—3 g Substanz 50—75 g Sand zu nehmen hat ⁷⁾. Die Differenz zwischen Trockensubstanz und Zucker ergibt die Menge des Gesamtnichtzuckers. Über die Berechnung des „wirklichen“ und des „scheinbaren“ Reinheitsquotienten vgl. II. C. S. 47. Über die refraktometrische Trockensubstanz-Bestimmung, deren Ergebnisse denen der vorgenannten Methode für alle Zwecke der großen Praxis gleichwertig sind, siehe oben unter III. C. S. 61.

Nach den „Ausführungsbestimmungen“ zum deutschen Zucker-

¹⁾ Zentralblatt f. Zuckerind. 17, 1119; 1909.

²⁾ Deutsche Zuckerindustrie 1900, 1830.

³⁾ Österr.-Ungar. Zeitschr. 1900, 403.

⁴⁾ Vereinszeitschr. 1902, 114.

⁵⁾ Vereinszeitschr. 1902, 945.

⁶⁾ Lippmann, Chemie der Zuckerarten, 1904, 1660.

⁷⁾ Vgl. Freist, Zentralblatt f. Zuckerind. 17, 883; 1909.

steuergesetze gilt für steueramtliche Zwecke als Quotient von weniger als 2 % Invertzucker enthaltenden Zuckerabläufen diejenige Zahl, die sich aus der Polarisisation und dem nach der Verdünnungsmethode (S. 71) ermittelten spez. Gewichte bzw. den entsprechenden Graden Brix berechnet. Enthält der Ablauf 2 % oder mehr Invertzucker, so sind die Grade Brix aus dem vermittelst des Pyknometers festgestellten spez. Gewichte des unverdünnten Ablaufes zu berechnen, während als Zuckergehalt der durch die gewichtsanalytische Inversionsmethode festgestellte Gesamtzucker (Tab. IV) in Berechnung gezogen wird. Bei den raffinosehaltigen Abläufen schließlich ist die Bestimmung des Rohrzuckers nach der Methode Baumanns (s. oben III. F.) für die Berechnung vorgeschrieben.

D. Bestimmung des Aschengehaltes.

Im allgemeinen wird die Aschenbestimmung mit 2 g Substanz nach der rasch auszuführenden Sulfatmethode (S. 49) vorgenommen, wobei es sich in manchen Fällen empfiehlt, nach Zusatz der Schwefelsäure erst 25—30 Minuten bei 100—130° vorzutrocknen, bevor man die Temperatur weiter steigert. Zur Erzielung genauer Resultate ist die allerdings zeitraubende Carbonatmethode mit ca. 10 g Substanz vorzuziehen.

Wird die Bestimmung einzelner oder aller einzelnen Bestandteile der Asche verlangt, so sind die bekannten analytischen Trennungsmethoden anzuwenden.

E. Bestimmung des Invertzuckers.

Hierfür gelten die unter I. C. S. 15 ff. vorgeschriebenen Methoden, wobei speziell auf die Anwendung von 5 g Melasse (vgl. S. 19) und Benutzung der Baumannschen Tabelle (II) hingewiesen sei.

Gemäß Vereinbarung der deutschen Handelschemiker¹⁾ soll der Invertzucker in Melassen und Sirupen ausschließlich nach Baumann (5 g Substanz; zugehörige Tabelle) bestimmt werden; die mit Essigsäure neutralisierte Lösung ist mit neutralem Bleiacetat zu klären und mit Sodalösung zu entbleien.

F. Bestimmung der Raffinose.

Sie erfolgt nach III. F. S. (66); betreffs der Entfärbung siehe unter B.

G. Bestimmung der Farbe.

Hierüber vgl. II. G. (S. 53).

¹⁾ Vereinszeitschr. 59, 487; 1909 des „Allgem. Teiles“.

H. Bestimmung der Alkalität.

Neben der gewöhnlichen Methode empfiehlt Strohmer¹⁾ hierfür die folgende, namentlich in zweifelhaften Fällen sehr zweckdienliche: Es werden 15–20 g Substanz zu 125 ccm gelöst und von der Lösung, je nach der Farbe, 25–50 ccm mittels eines schmalen Meßzylinders (mit eingeriebenem Glasstöpsel) abgemessen. Zu dieser Lösung, die im Meßzylinder verbleibt, gibt man 1–2 ccm Lackmustinktur und 1–2 ccm Äther (zur Beseitigung der sich beim Durchmischen bildenden Schaumbblasen). Hält man den verschlossenen Zylinder in wagerechter Lage, und zwar oberhalb eines Blattes weißen Papiers, und bringt man die Flüssigkeit in eine wiegende Bewegung, so sieht man, daß die Lösung bei alkalischen Sirupen blau oder blaugrün, bei dunklen und karamelierten Melassen graugrün erscheint. Die Titration geschieht mittels $\frac{1}{10}$ (bei dunklen Lösungen $\frac{1}{5}$ oder $\frac{1}{2}$) Normalsäure. Der Farbenübergang ist ein ganz deutlicher.

VII. Produkte der Verarbeitung von Melasse.

Mit Ausnahme des Osmoseverfahrens beruhen alle Methoden der Melassenentzuckerung auf der Fällung des Zuckers in Gestalt von Verbindungen mit Metalloxyden. Neben den Kalkverfahren wird, und zwar in bei weitem größter Ausdehnung, das Strontianverfahren betrieben, während die in neuerer Zeit vorgeschlagenen Baryt- und Bleiverfahren bisher nur vereinzelt Eingang in die Technik gefunden haben.

A. Kalksaccharat und dessen Abfallauge.

1. Kalksaccharat.

Das bei den Entzuckerungsmethoden der Melasse mittels Kalk erhaltene Rohprodukt nennt man Melassenkalk, die gereinigten Produkte heißen Kalksaccharat und Zuckerkalk bzw. Zuckerkalkmilch. Die Untersuchungsmethoden sind für alle diese Produkte die nämlichen.

a) Bestimmung des spezifischen Gewichtes. Diese kann natürlich nur für die Zuckerkalkmilch in Frage kommen, und zwar bedient man sich der pyknometrischen Methode unter Anwendung eines 50-ccm-Kölbchens.

b) Bestimmung des Zuckergehaltes. Man wägt das halbe Normalgewicht des Saccharates bzw. das ganze Normalgewicht der Zuckerkalkmilch in der Tarsierschale ab, spült mit Wasser in einen 100-ccm-Kolben und fügt einige Tropfen Phenolphthaleinlösung hinzu, wodurch

¹⁾ Jahr- und Adressenbuch der Zuckerfabriken Österreich-Ungarns 1909/1910, Seite 88.

der Kolbeninhalt rot gefärbt wird. Hierauf gibt man zur Zersetzung des Saccharates allmählich (am besten tropfenweise) unter stetem Umschwenken des Kolbens konzentrierte Essigsäure zu, bis die Rotfärbung verschwunden ist. Ein geringer Überschuß an Essigsäure wird durch etwas Sodalösung annähernd abgestumpft, sodann wird zwecks Klärung etwas Bleiessig hinzugefügt, zur Marke aufgefüllt, filtriert und polarisiert.

c) Bestimmung des Kalkgehaltes. 5 g des Saccharates oder 10 g der Zuckerkalkmilch werden in einer geräumigen Porzellanschale mit etwa 150 ccm Wasser verrührt und nach Zusatz einiger Tropfen Lackmus- oder Phenolphthaleinlösung mit Normalsalzsäure oder Normal-salpetersäure (nicht Normalschwefelsäure, die Gips ausscheiden würde!) bis zum Farbumschlag titriert. 1 ccm der Normalsäure entspricht 0,028 g Kalk (CaO). — Nach Taegener ¹⁾ wirken hierbei oft gewisse, aus dem Kalkstein stammende Beimengungen störend und beirrend; um sie zu beseitigen, kocht man das Saccharat zunächst 15 Minuten mit 100 ccm Wasser, filtriert, übersättigt dann das nochmals aufgekochte Filtrat mit $\frac{1}{2}$ N.-Salzsäure und titriert den Überschuß mit $\frac{1}{2}$ N.-Sodalösung zurück.

d) Bestimmung der Reinheit. Unter Reinheit des Saccharates versteht man den Zuckergehalt auf 100 Teile der nach Abscheidung des Kalkes verbleibenden Trockensubstanz. Zu ihrer Ermittlung zerlegt man eine größere Menge des Saccharates (200—300 g) nach Anrühren mit $\frac{1}{2}$ l. Wasser durch Kohlensäure, erhitzt auf dem Wasserbade bis zur Zersetzung des gebildeten doppeltkohlensauren Calciums, filtriert und dampft das Filtrat — den saturierten Saft — zu einem dünnen Sirup ein, den man auf Zucker-, Wasser- und Aschengehalt nach den unter II. (S. 27 ff.) gegebenen Vorschriften untersucht. Da die in derlei Säften vorhandenen Nichtzuckerstoffe die Angaben der Brixspindeln erheblich beeinflussen, weichen hier die scheinbaren Reinheiten meist erheblich von den wahren ab und werden gewöhnlich desto höher befunden, in je größeren Verdünnungen man arbeitet; Vergleichswerte sind daher nur zu erzielen, wenn man mindestens stets die nämliche Konzentration einhält.

Bezüglich der Aschenbestimmung ist zu bemerken, daß diese hier nach der Carbonatmethode auszuführen ist, und zwar ermittelt man den in Wasser löslichen Anteil, die Alkalische (Carbonate, Chloride und Sulfate der Alkalien), und den in Wasser unlöslichen Anteil, die Kalkasche (hauptsächlich kohlensauren Kalk der durch Zersetzung löslicher organischsaurer Kalksalze entstand): 20 g des Sirups werden in einer gewogenen Platinschale eingetrocknet und bei dunkler Rotglut verkohlt; die Kohle wird mit heißem Wasser extrahiert und vollständig verbrannt (Kalkasche), während man das farblose Filtrat auf dem Wasserbade zur Trockne verdampft und den Rückstand schwach glüht (Alkalische).

Für die Berechnung der Resultate diene folgendes Beispiel:

¹⁾ Deutsche Zuckerindustrie 35, 671; 1910.

	In 100 Teilen Saft %	In 100 Teilen Trockensubstanz %	Auf 100 Teile Zucker kommen %
Wasser	73.20		—
Zucker	22.80	85.10 (Reinheits- Quotient)	—
Alkalische	1.11	4.14	4.87
Kalksche	0.52	1.94	2.28
Organ. Nichtzucker	2.37	8.82	10.39
	100.00	100.00	

Zwecks Umrechnung auf die Zusammensetzung des ursprünglichen Saccharates macht man die keineswegs willkürfreie Annahme, daß das Mengenverhältnis des Zuckers zum ätzkalkfreien Nichtzucker im Zuckerkalke das nämliche sei wie im saturierten Saft.

2. Abfallauge.

Die Abfallauge enthält neben geringen Mengen Zucker den größten Teil der in der Melasse vorhandenen Salze und organischen Nichtzuckerstoffe und findet hauptsächlich als Düngemittel Verwendung. Für die Betriebskontrolle ist das spezifische Gewicht und der Zuckergehalt zu ermitteln; die Untersuchung auf Düngewert beschränkt sich meistens auf die Bestimmung des Kali- und des Stickstoffgehaltes.

a) Bestimmung des spezifischen Gewichtes. Diese erfolgt durch Spindelung nach II. A. (S. 83), wobei man jedoch, des Einflusses der angehäuften Nichtzuckerstoffe wegen, nur Vergleichswerte erhält.

b) Bestimmung des Zuckergehaltes. Das Normalgewicht (26 g) der Lauge wird mit Wasser in ein 100-cm-Kölbchen gespült und nach Zusatz einiger Tropfen Phenolphthaleinlösung gemäß der unter VII. A. b. (S. 83) gegebenen Vorschrift behandelt.

c) Bestimmung des Kaligehaltes. 50 ccm Lauge werden in einer Platinschale zur Trockne verdampft und verascht (s. S. 84); die Asche wird mit salzsäurehaltigem Wasser aufgenommen und in einen 250-cm-Kolben filtriert, worauf man in 50 ccm des bis zur Marke aufgefüllten und durchgemischten Filtrates nach Ausfällung der Schwefelsäure das Kali in bekannter Weise bestimmt.

d) Bestimmung des Stickstoffgehaltes. Diese erfolgt in 25 ccm der Lauge nach der Methode von Kjeldahl.

B. Strontianit und Produkte des Strontianverfahrens.

1. Strontianit (Stückerz und Wascherz).

Dieses Mineral bildet ein wichtiges Ausgangsmaterial für die Herstellung der zur Entzuckerung erforderlichen Strontianprodukte und enthält als Hauptbestandteil kohlensaures Strontium (80—90 %) neben

kohlensaurem Calcium, Eisenoxyd, Tonerde und in Säure unlöslichen Bestandteilen. Die quantitative Untersuchung wird, wie folgt, ausgeführt:

a) Bestimmung der Feuchtigkeit. 10 g der fein gepulverten Durchschnittsprobe, die mit besonderer Sorgfalt zu entnehmen und zu bereiten ist, werden bei 110°C bis zur Gewichtskonstanz getrocknet.

b) Bestimmung des in Säure Unlöslichen. 10 g Substanz werden in einem Erlenmeyerschen Kolben mit Wasser übergossen und allmählich mit konzentrierter Salzsäure oder Salpetersäure zersetzt. Nach Beendigung der Kohlensäureentwicklung erhitzt man zum Sieden und filtriert über ein Filter von bekanntem Aschengehalte in einen 500-ccm-Kolben. Das mit heißem Wasser ausgewaschene Filter wird im Platintiegel verascht. Die Kieselsäure kann durch Eindampfen zur Trockne und einstündiges Erhitzen des Rückstandes auf 120° abgeschieden werden.

c) Bestimmung von Eisenoxyd und Tonerde. Das Filtrat von b) wird nach dem Erkalten bis zur Marke aufgefüllt und durchgemischt. Aus 100 ccm (= 2 g Substanz) werden, event. nach vorangegangener Oxydation durch Salpetersäure (um sicher zu sein, daß alles Eisen in der Form von Oxyd vorliegt), Eisenoxyd und Tonerde mittels Ammoniak abgeschieden und gemeinsam bestimmt, wobei es sich sehr empfiehlt, den Niederschlag auf dem Filter in verdünnter Salzsäure zu lösen und aus der (nunmehr nur wenig Calcium und Strontium enthaltenden) Lösung Eisen und Tonerde von neuem zu fällen. Das Filtrat hiervon samt dem Waschwasser dient zur

d) Trennung und Bestimmung von kohlensaurem Strontium und kohlensaurem Calcium. Man versetzt in der Siedehitze mit einer Lösung von kohlensaurem Ammonium, löst die mit siedendem Wasser gewaschenen Carbonate auf dem Filter in konzentrierter Salpetersäure und fängt das Filtrat in einer Porzellanschale auf. Nach dem Eintrocknen und einstündigen Erhitzen auf 110°C werden die Nitrate mit einem Gemenge von gleichen Teilen wasserfreien Alkohols und Äthers übergossen, mittels eines Glaspistills fein zerrieben und ca. 12 Stunden unter Vermeidung von Wasseranziehung stehen gelassen. Hierauf filtriert man das ungelöst gebliebene Strontiumnitrat auf ein gewogenes Filter, wäscht mit Ätheralkohol aus, wägt und rechnet das Nitrat auf Carbonat um (Faktor 0,6973). Zum Filtrate setzt man 20 ccm heißes Wasser, erhitzt einige Zeit auf dem kochenden Wasserbade, fällt das Calcium mit oxalsaurem Ammonium als Oxalat oder mit verdünnter Schwefelsäure und Alkohol als Sulfat und verfährt in bekannter Weise weiter.

Ist lediglich die Bestimmung des kohlensauren Strontiums (und Calciums) erforderlich, so läßt sich der Gang der Untersuchung, wie folgt, vereinfachen: 10 g der Substanz werden mit Wasser in einen 500-ccm-Kolben gespült und mit konzentrierter Salpetersäure zersetzt, worauf man zu der zum Sieden erhitzten Flüssigkeit Ammoniak in geringem Überschuß fügt und wie unter c) verfährt. Sodann füllt man mit Wasser bis fast zur Marke und kühlt den lose verstopften Kolben ab; nach dem Erkalten wird aufgefüllt, durchgemischt, möglichst schnell durch ein

Faltenfilter filtriert und ein Teil des Filtrates (100 ccm) zur Untersuchung verwendet.

Die jetzt vorwiegend in der Technik gebrauchten, aus Cölestin dargestellten Carbonate und Hydrate werden im allgemeinen nach den in diesem Abschnitte besprochenen Methoden oder, wenn die genaue Bestimmung des als Sulfid, Sulfit und Hyposulfit vorhandenen Strontiums gewünscht wird, nach dem von W. Feld¹⁾ angegebenen Verfahren untersucht.

2. Glühmasse und Rückstände.

a) Glühmasse. Mit dem Namen „Glühmasse“ bezeichnet man jenes Produkt, das durch Brennen des natürlichen Strontianits oder des im Betriebe durch Saturation strontianhaltiger Lösungen entfallenden kohlensauren Strontiums („weißer“ und „brauner“ Schlamm²⁾) erhalten wird. Die Untersuchung der Glühmasse beschränkt sich auf die Feststellung des Gehaltes an Strontiumoxyd; man hat sie, wegen der geringen Löslichkeit des Strontiumhydroxydes in kaltem Wasser, stets in heißer Lösung und möglichst schnell auszuführen: 10 g der gut gepulverten Durchschnittsprobe werden in einer emaillierten Eisenschale mit 500 ccm heißem Wasser übergossen. Nach Feststellung des Gesamtgewichtes erhält man einige Minuten unter Umrühren im Sieden, ersetzt dann das verdampfte Wasser durch Hinzufügung von heißem Wasser, mischt, filtriert durch ein trockenes Faltenfilter in ein trockenes Gefäß und titriert 50 ccm des heißen Filtrates (= 1 g Substanz) unter Zusatz einiger Tropfen Phenolphthalein mit $\frac{3}{4}$ N.-Salzsäure oder $\frac{3}{4}$ N.-Salpetersäure. Die Anwendung von $\frac{3}{4}$ Normalsäure bezweckt lediglich die Vereinfachung der Berechnung: 1 ccm Normalsäure entspricht nämlich 0,13265 g krystallisierten Strontiumhydroxydes $\text{Sr}(\text{OH})_2 + 8 \text{H}_2\text{O}$. Aus dem Ansatz

$$1000 : 132,65 = 750 : x$$

ergibt sich

$$x = 99,58,$$

so daß 1 ccm $\frac{3}{4}$ Normalsäure = 0,09958 g Strontiumhydroxyd ist, wofür man, ohne einen Fehler zu begehen, 0,1 einsetzen darf. Wendet man also 10 g der zu titrierenden Substanz an, so geben die verbrauchten ccm $\frac{3}{4}$ Normalsäure direkt Prozente krystallisierten Strontiumhydroxydes an. Bei der Titration der Glühmasse muß man natürlich die gefundenen Prozente Strontiumhydroxyd auf Strontiumoxyd umrechnen, was mit Hilfe des Faktors 0,3893 geschieht.

b) Rückstände. Der beim „Löschen“ der Glühmasse verbleibende Rückstand, „I. Rückstand“, wird nochmals zu Ziegeln geformt und gebrannt; beim Löschen hinterläßt er den „II. Rückstand“, der im Betriebe meist nicht mehr verwendet wird. Die Untersuchung dieses Abfall-

¹⁾ Chem. Ind., 21, 372.

²⁾ Diese Produkte werden feucht mit Sägemehl gemischt, zu Ziegeln geformt, getrocknet und gebrannt.

produktes (des feuchten Materiales aus dem Betriebe) auf Strontian ist für die Feststellung des Strontianverlustes erforderlich; jedoch wird häufig auch die Bestimmung des in Säure Unlöslichen, des Eisenoxydes und der Tonerde, sowie des Kalkgehaltes verlangt. Die für die einzelnen Bestimmungen nötigen Mengen sind schnell hintereinander abzuwägen.

a) Bestimmung des Wassergehaltes. Diese erfolgt nach VII. B. 1. a) (S. 83).

β) Bestimmung des in Säure Unlöslichen. 10 g Substanz werden mit verdünnter Säure gekocht; das ungelöst Bleibende wird abfiltriert, mit heißem Wasser ausgewaschen und im Platintiegel verascht. Das Filtrat dient zur

γ) Bestimmung von Eisenoxyd und Tonerde nach VII. B. 1. c) (S. 86).

δ) Bestimmung des Strontiumhydroxydes. 20 g der Substanz werden in einem 500-ccm-Kolben mehrere Minuten lang mit ca. 250 ccm Wasser gekocht; nach dem Erkalten — wegen des geringen Gehaltes an Strontiumhydroxyd kann diese Untersuchung in kalter Lösung vorgenommen werden — füllt man zur Marke auf, mischt und filtriert durch ein trockenes Faltenfilter. 250 ccm des Filtrates (= 10 g Substanz) dienen zur Titration mit $\frac{3}{4}$ Normalsäure (vgl. S. 87).

ε) Bestimmung des kohlensauren Strontiums und des kohlensauren Calciums. 20 g Rückstand werden mit etwas Wasser in einen 500-ccm-Kolben gespült, mit 25 ccm Essigsäure versetzt und weiterhin nach S. 86 (vereinfachter Untersuchungsgang) behandelt.

3. Weißes Salz, braunes Salz, Schleudersalz und Saccharat.

Das „weiße Salz“ entsteht durch Löschen der Glühmasse und liefert durch seine Einwirkung auf Melasse in heißer Lösung das unlösliche Strontiumbisaccharat sowie eine braungefärbte Mutterlauge, aus der beim Erkalten das „braune Salz“ auskrystallisiert. Das durch Decken mit 10 proz. reiner Hydroxydlösung gereinigte Saccharat zersetzt sich in der Kälte unter Bildung von krystallisiertem, gelblichbraun gefärbtem Hydroxyd, das durch Zentrifugieren als „Schleudersalz“ von der strontiumhaltigen Zuckerlösung getrennt wird.

Zur Bestimmung des Strontiumhydroxydes in den drei Salzen werden 10 g in einem 500-ccm-Kolben in siedendem Wasser gelöst. Man füllt mit heißem Wasser bis zur Marke auf, mischt, filtriert erforderlichen Falles und titriert 50 ccm des heißen Filtrates (= 1 g Substanz) mit $\frac{3}{4}$ Normalsäure.

Die Bestimmung des Zuckergehaltes im Schleudersalze (es enthält meist ca. 3—4 % Zucker) wird mit dem halben Normalgewichte, 13 g, nach VII. A. b) (S. 83) ausgeführt.

Das Saccharat wird in derselben Weise untersucht, wie es beim Kalksaccharate (S. 83) angegeben worden ist, nur daß man, wie schon erwähnt, bei der Bestimmung des Strontiangehaltes sich der $\frac{3}{4}$ Normalsäure bedient.

4. Schlempekohle.

Die braungefärbte Mutterlauge des Strontiansaccharates (s. VII. B. 3.) (S. 88) liefert nach dem freiwilligen Auskrystallisieren des „braunen Salzes“ (s. d.) und nach der Saturation mit Kohlensäure („brauner Schlamm“; vgl. VII. B. 2. S. 87) eine fast strontianfreie Abfallauge, die sog. Schlempelauge, die nicht selten durch Eindampfen und Verbrennen auf Schlempekohle verarbeitet wird. Der Handelswert der letzteren ist durch ihren Gehalt an kohlensaurem Kalium bedingt. Außer diesem enthält sie hauptsächlich noch kohlensaures Natrium, Chlorkalium, schwefelsaures Kalium, phosphorsaures Kalium und in Wasser unlösliche Verunreinigungen (Kohle, Sand und Ton).

Die vollständige Untersuchung solcher Schlempekohlen erfolgt nach einer bestimmten, handelsüblich gewordenen Methode von Heyer¹⁾ deren Gang nachstehend angegeben werden soll. Bei der Probenahme und Aufbewahrung ist auf die stark hygroskopischen Eigenschaften der Schlempekohle Rücksicht zu nehmen.

a) **Bestimmung der Feuchtigkeit.** 10 g werden bei 110° bis zur Gewichtskonstanz getrocknet.

b) **Bestimmung des in Wasser Unlöslichen.** 20 g werden im Erlenmeyerschen Kolben mit ca. 250 ccm Wasser 15 Minuten auf siedendem Wasserbade erhitzt; die Lösung filtriert man heiß durch ein getrocknetes und gewogenes Filter in einen 500-ccm-Kolben und wäscht mit heißem Wasser vollständig aus. Das Filter wird getrocknet und gewogen (Kohle, Sand und Ton), hierauf verascht (Sand und Ton). Das erkaltete, aufgefüllte, gründlich durchgemischte Filtrat dient zu allen fernerer Bestimmungen.

c) **Bestimmung der gesamten Alkalisalze²⁾.** Je 25 ccm der oben bei b) erhaltenen Lösung (= 1 g Substanz) werden in vier mit kleinen Glasstäbchen gewogenen flachen Porzellanschälchen zunächst auf dem Wasserbade eingetrocknet, worauf man den Rückstand auf einer erhitzten Asbestplatte unter beständigem Umrühren kalzinert und schließlich über freier Flamme bis zum eben beginnenden Schmelzen glüht. Das mittlere Gewicht der Glührückstände ergibt die gesamten Alkalisalze.

d) **Bestimmung des Chlorkaliums.** Der Inhalt des ersten Schälchens wird in heißem Wasser gelöst und nach Ansäuern mit Salpetersäure durch Silberlösung gefällt oder mit $\frac{1}{10}$ N.-Silbernitratlösung titriert (1 ccm = 0,00746 g KCl).

e) **Bestimmung des schwefelsauren Kaliums.** Der Inhalt des zweiten Schälchens wird, event. nach Oxydation niedrigerer Schwefelverbindungen mittels Brom, nach Lösen in heißem Wasser und Zusatz

¹⁾ Chem.-Ztg. 15, 82; 1891; vgl. auch Lacombe, Bull. Ass. Chim. 17, 82.

²⁾ In Schlempekohlen aus Kolonialmelassen kann nach Pellet zuweilen freies Alkali vorhanden sein, was bei der Analyse derartiger Produkte berücksichtigt werden sollte (Bull. Ass. Chim. 17, 86).

von Salzsäure, mit Chlorbaryumlösung gefällt; das Gewicht des schwefelsauren Baryums, mit 0,7469 multipliziert, ergibt die in 1 g Schlempekohle vorhandene Menge schwefelsauren Kaliums.

f) Bestimmung des phosphorsauren Kaliums. Der Inhalt des dritten Schälchens wird nach Lösen in heißem Wasser, der allgemein bekannten Methode folgend, zunächst mit molybdänsaurem Ammonium gefällt, der ausgewaschene Niederschlag aber in heißem Ammoniakwasser gelöst und die Phosphorsäure durch Zusatz von Magnesiamixtur in Form phosphorsaurer Ammoniakmagnesia ausgeschieden, die man in pyrophosphorsaures Magnesium überführt. Das Gewicht des letzteren, mit 1,9078 multipliziert, ergibt den Gehalt an phosphorsaurem Kalium in 1 g Schlempekohle.

g) Bestimmung des kohlensauren Kaliums. Der Inhalt des vierten Schälchens wird nach Lösen in heißem Wasser in ein 100-ccm-Kölbchen gespült, nach Übersättigung mit Salzsäure zum Sieden erhitzt und mit so viel einer Chlorbaryumlösung (in 100 ccm 1,047 g krystallisiertes Chlorbaryum $[0,1 \text{ ccm} = 0,001 \text{ g BaSO}_4]$ enthaltend) versetzt, als zur Ausfällung der nach e) bestimmten Schwefelsäure erforderlich ist, indem man also für je 1 mg des gefundenen schwefelsauren Baryums 0,1 ccm der Chlorbaryumlösung hinzufügt. Nach dem Erkalten füllt man mit destilliertem Wasser bis zur Marke auf, mischt, filtriert durch ein trockenes Filter und bestimmt in 20 ccm des Filtrates (= 0,2 g Schlempekohle) das Gesamtkali als Kaliumplatinchlorid. Das Gewicht des letzteren, mit 0,2847 multipliziert, ergibt den Gesamtkaliumgehalt von 0,2 g Schlempekohle, als kohlensaures Kalium ausgedrückt. Zur Ermittlung des wirklichen Gehaltes an kohlensaurem Kalium werden die unter d), e) und f) gefundenen Prozente von Chlorkalium, schwefelsaurem Kalium und phosphorsaurem Kalium durch Multiplikation mit 0,9269 bzw. 0,7932 bzw. 0,9765 auf kohlensaures Kalium umgerechnet und von den unter g) gefundenen Prozenten abgezogen.

h) Bestimmung des kohlensauren Natriums. Den Gehalt an kohlensaurem Natrium erhält man durch Subtraktion der Summe der Kaliumsalze vom Betrage der unter c) ermittelten Gesamtalkalisalze.

Die Berechnung des Wertes der Schlempekohle auf Grund der, wie angegeben, ermittelten analytischen Daten erfolgt nach gewissen im Handel üblichen, übrigens nicht allerorten übereinstimmenden Methoden, die jedoch keinerlei wissenschaftliche Grundlagen besitzen, sondern mehr oder weniger willkürlich sind; es wird deshalb an dieser Stelle nicht auf sie eingegangen.

C. Osmosewässer.

Die Untersuchung der Osmosewässer ¹⁾ umfaßt die Feststellung der Brix- oder Baumégrade, des Zuckergehaltes und der Reinheit. Die ersteren werden am besten aus dem spezifischen Gewichte berechnet,

¹⁾ Vgl. Jahr- und Adressenbuch der Zuckerfabriken Österreich-Ungarns 1909/1910, S. 86.

das pyknometrisch nach der für Melasse angegebenen Methode bestimmt wird; die Fehler infolge Benutzung der für reine Zuckerlösungen gültigen Tabellen machen sich hier natürlich in noch erhöhtem Grade geltend.

Bei der Ermittlung der direkten Polarisation ist es vorteilhaft, die Verdünnung so zu wählen, daß 100 ccm der geklärten Lösung dem halben Normalgewichte entsprechen; als Klärmittel ist hier das basische Bleinitrat ¹⁾ ganz besonders zu empfehlen, da es in fast allen Fällen sofort klare und stark entfärbte Lösungen ergibt.

Die Untersuchung nach der Inversionsmethode liefert bei unreinen und an Nichtzucker ungewöhnlich reichen Produkten, wie manchen Melassen und besonders Osmosewässern, zuweilen sichtlich ungenaue Werte: in solchen Fällen empfiehlt es sich deshalb, eine von Andrlík und Stanek ²⁾ angegebene Methode anzuwenden, bei der die Polarisationen vor und nach der Inversion in zwei Lösungen erfolgen, die gleiche Mengen Salzsäure enthalten, welche letztere den besonders störenden Einfluß der angehäuften optisch-aktiven Aminosäuren nahezu aufhebt.

Man löst das doppelte Normalgewicht Substanz im 200-ccm-Kolben in Wasser, klärt mit je 20 ccm der nach Herles bereiteten Lösungen von Bleinitrat und Alkali; füllt zur Marke auf und filtriert; von dem klaren Filtrat bringt man 2 Proben von je 50 ccm in je einen Kolben von 100 ccm Inhalt. Die erste Probe wird untersucht, indem man 5 g Harnstoff ³⁾ in 6,5 ccm Salzsäure von 1,19 spez. Gew. (bei Osmosewässern in 7,5 ccm) löst, mit Wasser auf 49 ccm auffüllt und ihr diese Flüssigkeit zusetzt, worauf man das Kölbchen genau bis zur Marke 100 ccm füllt, filtriert und sofort oder höchstens binnen 7—10 Minuten polarisiert; der Zusatz des Harnstoffes schützt den Rohrzucker während dieser kurzen Zeit genügend vor der Veränderung durch die Salzsäure. Die zweite Probe invertiert man mittels der nämlichen Menge Salzsäure und berechnet das Resultat nach Herzfelds Formel: $Z = 100 (P - I) / (143,5 - 0,5 t)$. — Die Ergebnisse dieser Methode sind bei Melassen meist 0,9—2, bei Osmosewässern 1,6—3,2 % höher als die nach Clerget, aber niedriger als die durch Gewichtsanalyse ermittelten, vermutlich weil bei letzterer auch Überhitzungsprodukte und optisch-inaktive Zucker mitbestimmt werden.

Soll die Untersuchung nach dem üblichen Inversions-Verfahren gemäß den weiter oben angeführten Methoden geschehen, so ist bei der Anwendung von Bleinitrat als Klärmittel an Stelle der Konstante

¹⁾ Siehe Lippmann, Chemie der Zuckerarten, 1904, 1391. Die Herstellung der Herlesschen Klärlösung geschieht nach folgender Vorschrift: Bleinitratlösung: 1 kg Bleinitrat in 2 L. Wasser gelöst. Lauge: 100 g festes Ätznatron in 2 L. Wasser gelöst.

²⁾ Böhmisches Zeitschr. f. Zuckerind. 81, 417; 1907.

³⁾ Graeger empfiehlt, 10 g Harnstoff anstatt 5 g zu nehmen (s. Böhmisches Zeitschr. f. Zuckerind. 32, 57; 1907).

132,66 die Herlessche Konstante 133,5 in die Formel einzusetzen, so daß letztere bei $t = 20^{\circ}$ folgendermaßen lautet:

$$Z = \frac{100 S}{133,5}.$$

Die Raffinoseformel $Z = \frac{0,5124 P - I_{20}}{0,839}$ ändert sich bei Klärung mittels Bleinitrat, wie folgt:

$$Z = \frac{(0,4724 + 0,002 t) P - I_{20}}{0,9074 - 0,003 t}$$

oder bei $t = 20^{\circ}$

$$Z = \frac{0,5124 P - I^1)}{0,8474}.$$

Die Bestimmung des Invertzuckers und der Alkalität geschieht nach den a. a. O. gegebenen Vorschriften.

D. Melassenfutter.

Bestimmte, allgemein angenommene Methoden zur Untersuchung der höchst mannigfaltig zusammengesetzten Melassenmischfutter liegen zurzeit noch nicht vor, und die Sichtung der sehr zahlreichen in dieser Hinsicht gemachten, oft ganz speziellen Bedürfnissen entsprungenen Vorschläge muß weiterer Erfahrung überlassen bleiben. Die wichtigsten Bestandteile können am einfachsten in nachstehender Art bestimmt werden ²⁾, wobei auf die ganz besondere Schwierigkeit der Probenahme ausdrücklich hingewiesen sei:

1. Bestimmung der Feuchtigkeit. 5—10 g der oft sehr hygroskopischen Substanz werden im Messingschälchen bei 100—105° bis zur Gewichtskonstanz getrocknet; da dies selten gelingt, ist das Ergebnis nur ein annäherndes.

2. Bestimmung des Zuckergehaltes. Nach dem durch Frühling in sehr zweckmäßiger Weise abgeänderten Verfahren von K. Müller ³⁾ werden 26 g Substanz in einem Kolben mit so viel kaltem Wasser übergossen, daß von diesem, einschließlich des vorher festgestellten Wassergehaltes der Substanz, 200 g vorhanden sind; sobald nach längerem Stehen unter öfterem Umschütteln völlige Lösung und Auslaugung erfolgt ist, filtriert man und polarisiert 50 cm unter Zugabe von 5 cm Bleiessig; der berechnete Betrag ist (mit Rücksicht auf die Lösung in 200 cm) zu verdoppeln. Etwa vorhandene größere Mengen Invertzucker sind besonders zu ermitteln, wozu man den Extrakt einer geeigneten größeren

¹⁾ Jahr- und Adressenbuch der Zuckerfabriken Österreich - Ungarns 1909 bis 1910, 87.

²⁾ Vgl. auch Österr.-Ungar. Zeitschr. 1901, 673; Landw. Versuchsstationen 56, 81; 1901.

³⁾ Landw. Versuchsstationen 47, 249.

Menge Substanz mit dem etwa zehnfachen Wasserquantum benützen kann.

Nach Herzfeld läßt sich mit Vorteil auch in nachstehender Weise arbeiten: 26 g der Substanz werden im 200-ccm-Kolben mit Wasser und Bleiessig (mindestens 10 ccm) bei 65—70° 45—50 Minuten digeriert und dann wie üblich weiter behandelt; den durch das Markvolumen verursachten Fehler darf man für praktische Zwecke meist vernachlässigen, oder man bestimmt ihn durch Auflösen von 26 g Zucker nebst 26 g ausgegauten Markes zu 200 ccm und korrigiert den Befund mittels der so gefundenen Zahl in sinngemäßer Weise.

Einem von Scheibler aufgestellten Prinzipie gemäß kann man auch das halbe Normalgewicht Substanz zu 100 und 200 ccm lösen; aus den beiden Polarisationen a und b ergibt sich das Volum des Unlöslichen zu $x = 100 \frac{a-2b}{a-b}$ und die Polarisation des halben Normalgewichtes für 100 ccm Lösung zu $P = \frac{(100-x)a}{100}$.

Nimmt man den Durchschnittsgehalt der Melasse an Zucker zu 48 oder 50 % an, so läßt sich annähernd berechnen, wieviel Melasse dem Futtermittel zugesetzt worden ist.

Nach Herles¹⁾ bringt man das ganze oder halbe Normalgewicht Futtermittel mit warmem Wasser in den Polarisationskolben, versetzt mit 10 ccm Bleiessig²⁾, kühlt 15 Minuten ab, füllt bis zur Marke auf und polarisiert; eine zweite ganz gleiche Probe wird unter Zusatz des halben oder viertel Normalgewichtes reiner Raffinade ebenso untersucht. Die Differenz beider Polarisationen, $b-a$, ist nicht gleich der theoretischen Polarisation c des zugesetzten Raffinade-Gewichtes, sondern stets merklich höher, und dementsprechend ist auch die Polarisation a der ersten Probe zu korrigieren; man hat $c : (b-a) = x : a$, demnach als den richtigen gesuchten Wert $x = \frac{a \times b}{b-a}$.

Betreffs einer refraktometrischen Methode sei auf den einschlägigen Artikel von Schlicht³⁾ verwiesen, der auch eine Anzahl wertvoller kritischer und literarischer Angaben enthält.

Die Extraktionsverfahren, wie sie zuerst Förster⁴⁾ und Gonnermann⁵⁾ und neuerdings wieder Vuaflart⁶⁾ vorschlugen, sind in der Praxis trotz ihnen vielfach zuteil gewordener Verbesserungen nicht be-

¹⁾ Böhmische Zeitschr. f. Zuckerind. 32, 626; 1908.

²⁾ Nach Vuaflart ist diese Menge zur ausreichenden Fällung oft ganz ungenügend, was sehr bedeutende Fehler verursachen kann (Journ. des fabricants de sucre 50, 27; 1909).

³⁾ Chem.-Ztg. 33, 925; 1909.

⁴⁾ Chem.-Ztg. 23, 19; 1899.

⁵⁾ Deutsche Zuckerindustrie 1899, 448.

⁶⁾ a. a. O.; als Extraktionsflüssigkeit wird Alkohol angewandt, und die Untersuchung der Lösung erfolgt nach Clerget oder auf gewichtsanalytischem Wege.

liebt; sie werden als umständlich und zeitraubend, bei manchen Arten Futtermischungen auch als schwer ausführbar und nicht ausreichend bezeichnet.

Ist einem Melassenfutter Leinsamen zugesetzt, so versagen nach Hissink-Goes¹⁾ alle bisher empfohlenen Methoden der Zuckerbestimmung; betreffs des in diesem besonderen Falle einzuschlagenden Weges muß jedoch auf die Originalarbeit verwiesen werden.

3. Bestimmung des Fettgehaltes. Aus 5 g bei 80° getrockneter und fein gemahlener Substanz wird zunächst der Zucker auf einem kleinen Filter durch sehr allmähliches Aufgeben von insgesamt etwa 100 ccm kaltem Wasser ausgelaugt; das Filter nebst dem Rückstande trocknet man zuerst vor, sodann bei 95° völlig fertig, zieht in einem geeigneten Extraktionsapparate, z. B. in dem ganz vortrefflichen Fröhlingsschen²⁾, 6—8 Stunden mit wasserfreiem Äther aus und wägt den Extraktionskolben erst leer und später nach vollendeter Extraktion, Verdunstung des Äthers und Trocknung bei 100°.

4. Bestimmung des Stickstoffgehaltes. Diese erfolgt in 5 g Substanz nach der Methode von Kjeldahl. Die gefundenen Prozente Stickstoff, mit 6,25 multipliziert, ergeben den Gehalt an „Protein“; der Handel, der die Angabe dieser Zahl fordert, pflegt hierbei immer noch von der Annahme auszugehen, daß die Proteinstoffe im Durchschnitt 16 % Stickstoff enthalten, und das Resultat ist daher ein rein konventionelles, ganz abgesehen davon, daß bekanntermaßen gerade bei Melassen die „Proteine“ nur den kleinsten Teil der stickstoffhaltigen Substanzen bilden. Auf die zuweilen verlangte Bestimmung der einzelnen Formen des Stickstoffes, des sog. verdaulichen Stickstoffes usw., gemäß den „Beschlüssen“³⁾, kann an dieser Stelle nicht näher eingegangen werden.

VIII. Hilfsstoffe.

A. Knochenkohle.

Die Wirkungsweise der Knochenkohle im Betriebe beruht auf ihrer Fähigkeit, gewisse Bestandteile des Nichtzuckers, namentlich Farbstoffe, Alkalien und Kalksalze, aus den Säften zu absorbieren; ist diese Absorptionsfähigkeit erschöpft, so muß die Kohle „wiederbelebt“ werden.

Neue Knochenkohle wird nach ihrem Gehalte an Feuchtigkeit, an Kohlenstoff und an in Säuren unlöslichen Bestandteilen (Sand und Ton) bewertet; ersterer soll nicht höher als 7—8 %, letzterer nur minimal sein. Fernerhin werden bestimmt: kohlen-saures Calcium, schwefel-saures Calcium, Schwefelcalcium und die organischen Stoffe. Knochenkohle des Betriebes wird außerdem auf absorbierten Zucker

¹⁾ Landw. Versuchsstationen 60, 125; 1904.

²⁾ Zeitschr. f. angew. Chem. 13, 270; 1900.

³⁾ Österr.-Ungar. Zeitschr. 1901, 673.

untersucht, Knochenkohlen-Abfall, der zur Darstellung von Superphosphaten dient, meist nur auf Phosphorsäure.

1. **Bestimmung der Feuchtigkeit.** 15–20 g der sorgfältig gezogenen Durchschnittsprobe werden in einem mit eingeschlifften Glasstopfen versehenen Trockengläse abgewogen und bei 130–140° bis zum konstanten Gewichte getrocknet.

2. **Bestimmung von Kohlenstoff, Sand und Ton.** 10 g der feinst gemahlten Knochenkohle werden in einem Erlenmeyerschen Kolben mit etwas Wasser und 50 ccm reiner Salzsäure versetzt und 15 Minuten gekocht; der Rückstand wird auf einem getrockneten und gewogenen Filter gesammelt, mit heißem Wasser bis zum Verschwinden der sauren Reaktion ausgewaschen und bei 110° bis zur Gewichtskonstanz getrocknet. Hierauf verbrennt man das Filter im Platintiegel. Die Gewichtszunahme des Tiegels stellt den Gehalt an Sand und Ton dar; sie ergibt, vom Gewichte des Gesamtückstandes abgezogen, den Gehalt an Kohlenstoff.

3. **Bestimmung des kohlensauren Calciums.** Man führt diese Analyse in der Regel indirekt, d. h. in Form einer quantitativen Bestimmung der Kohlensäure, aus, deren Betrag man dann auf kohlensaures Calcium umrechnet.

Die Kohlensäurebestimmung kann mit Hilfe des bekannten Geißlerschen Apparates (aus dem Gewichtsverluste) erfolgen; in den Laboratorien der Zuckerfabriken ist jedoch fast ausschließlich der nebenstehend abgebildete (s. Fig. 5) Scheiblersche Apparat im Gebrauche, der eine schnelle und hinreichend genaue volumetrische Bestimmung der Kohlensäure ermöglicht ¹⁾.

Die Flasche *A* dient zur Entwicklung des Kohlendioxyds, das aus 1,7 g fein gemahlener Knochenkohle mit Hilfe verdünnter, in dem Gutta-perchazyylinder *S* befindlicher Salzsäure ²⁾ ausgetrieben wird. Das Kohlendioxyd tritt durch den eingeschlifften, mit Glasansatz versehenen Stopfen und den an dem Ansätze befestigten Kautschukschlauch *r* in eine dünne Gummiblase *K*, die, durch das rechtwinklige Ansatzrohr *r*₁ luftdicht mit *r* verbunden, sich in der dreifach tubulierten Flasche *B* befindet. Diese steht durch das Glasrohr *uu* mit der graduierten Meßröhre *C*, durch das mit Gummischlauch und Quetschhahn versehene Röhrchen *q* mit der äußeren Luft in Verbindung. Die in 25 „Scheiblersche Grade“ (1 Grad = 4 ccm) und deren Unterabteilungen eingeteilte Meßröhre *C* kommuniziert durch die untere Verbindung mit der Gasdruck-Kontrollröhre *D*, die ihrerseits am unteren Ende eine durch den Quetschhahn *p* verschließbare Abflußröhre enthält; letztere führt bis auf den Boden des zweihalsigen Wasserbehälters *E*. Mittels Einblasen von Luft durch *v* kann man bei geöffnetem Quetschhahn *p* das in *F* enthaltene Wasser nach *C* und *D* empordrücken, andererseits kann dieses durch Öffnen von *p* nach *E* abgelassen werden. Alle Teile des Apparates mit Ausnahme

¹⁾ Mindestens ebenso schnell, aber ungleich genauer sind die Bestimmungen nach der Methode von Lunge und Rittener, Bd. I, S. 180. Vgl. auch Bd. II, S. 132.

²⁾ 2 Vol. konzentrierter Salzsäure und 1 Vol. Wasser.

von *A* sind durch Metallfassungen an einem Holzstativ befestigt, das außerdem noch ein Thermometer zur Beobachtung der Versuchstemperatur trägt.

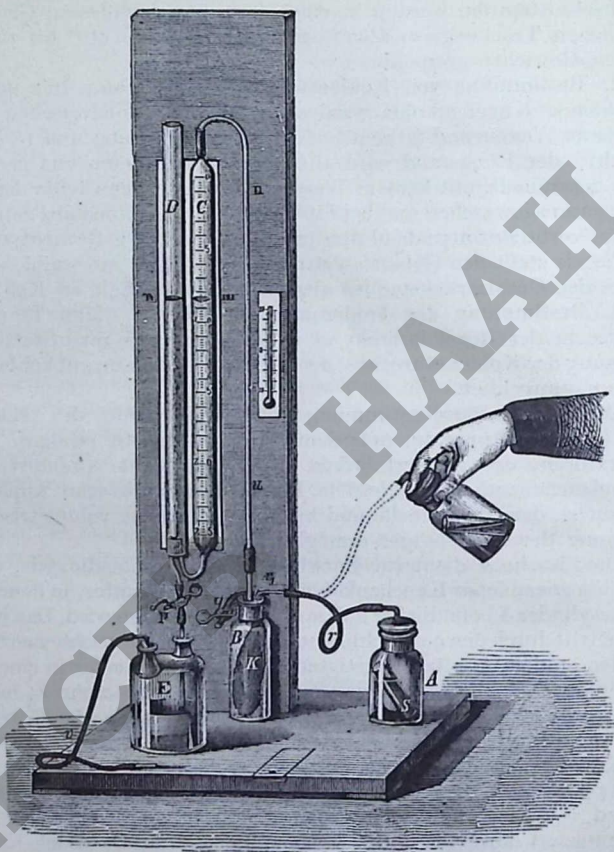


Fig. 5.

Zur Ausführung der Kohlensäurebestimmung mit Hilfe des eben beschriebenen Apparates bringt man zunächst den Wasserstand in *C* auf den Nullpunkt. Darauf stellt man die Verbindung mit der vollkommen ausgetrockneten Entwicklungsflasche *A* her, in die man die abgewogene Menge (1,7 g) Knochenkohle sowie das mit der Salzsäure gefüllte Guttaperchagefaß hineingebracht hat. Die durch das Einsetzen des eingeschliffenen (ringsum eingefetteten) Glasstopfens verursachte

Niveauverschiebung in *C* und *D* wird durch einmaliges Öffnen des Quetschhahnes *q* ausgeglichen. Man faßt nun *A* vorsichtig mit zwei Fingern der rechten Hand unter Vermeidung von unnötiger Erwärmung durch die Handfläche und bringt durch Neigung des Gefäßes die Salzsäure langsam zum Ausfließen. Das sich entwickelnde Kohlendioxyd drückt das Wasser in *C* herab und in *D* empor; durch gleichzeitiges Öffnen von *p* mit der linken Hand reguliert man den Wasserstand, während man *A* fortwährend bewegt und schließlich schüttelt, indem man Sorge trägt, daß von der Flüssigkeit in *A* nichts durch *r* nach *B* gelangt. Sobald keine Volumenänderung in *C* mehr eintritt, wird der Wasserstand in *C* und *D* genau eingestellt und nebst der Temperatur abgelesen. Mittels dieser beiden Zahlen entnimmt man den gesuchten Prozentgehalt an kohlensaurem Calcium direkt einer von Scheibler berechneten Tabelle, die in der jedem Apparate beigegebenen Gebrauchsanweisung abgedruckt ist.

Der normale Gehalt der Knochenkohle an kohlensaurem Calcium beträgt im Mittel 8,37 %. Während des Betriebes häufen sich Kalksalze in der Knochenkohle an, und es muß daher zeitweise deren Gehalt an kohlensaurem Calcium auf die normale Menge zurückgeführt werden (durch die „Wiederbelebung“). Die Feststellung derjenigen Menge Salzsäure, die zur Lösung des Kalkes erforderlich ist, kann aus einer ebenfalls von Scheibler berechneten Tabelle entnommen werden.

Hat man z. B. 8,37 % Calciumcarbonat in einer Knochenkohle gefunden, so sind $8,37 - 7,00 = 1,37$ % durch Salzsäure zu entfernen, um ein „normales Verhältnis“, z. B. von 7 %, wiederherzustellen. Bei Anwendung einer Salzsäure vom spez. Gew. 1,17 oder 21° Baumé ergibt sich aus jener Tabelle:

1,0	Tl. CaCO_3	=	2,1534	Tl. Salzsäure von 21° Bé
0,3	„ „	=	0,6460	„ „ „ 21° „
0,07	„ „	=	0,1507	„ „ „ 21° „

1,37 Tl. CaCO_3 bedürfen also 2,9501 Tl. Salzsäure von 21° Bé, und es müssen demnach 100 kg Knochenkohle, 8,37 % kohlensaures Calcium enthaltend, mit 2,95 kg Salzsäure von 21° Bé behandelt werden.

4. Bestimmung des schwefelsauren Calciums. 25 g der fein gemahlene lufttrockenen Knochenkohle werden in einem Erlenmeyerschen Kolben mit Wasser durchfeuchtet und darauf mit 100 ccm reiner Salzsäure versetzt; nach Beendigung der Kohlendioxydentwicklung wird 15 Minuten gekocht, der Gesamtinhalt in einen 250-ccm-Kolben gespült, nach dem Erkalten zur Marke aufgefüllt, durchgemischt und durch ein trockenes Filter filtriert. In 200 ccm des Filtrates (= 20 g Knochenkohle) fällt man in bekannter Weise die Schwefelsäure mittels Chlorbaryum, dekantiert, kocht den Niederschlag 1—2 mal mit verdünnter Salzsäure aus, und rechnet sodann die Menge des Baryumsulfates durch Multiplikation mit dem Faktor 0,5828 auf die des Calciumsulfates um.

Das Entgipsen gebrauchter Knochenkohle geschieht durch Auskochen mit Sodalösung; von dieser wird stets ein Überschuß, meistens etwa das Doppelte der berechneten Menge, angewendet.

5. Bestimmung des Schwefelcalciums. 25 g der fein gemahlenden, lufttrockenen Knochenkohle werden mit 0,5—1 g chlorsaurem Kalium versetzt, mit heißem Wasser durchfeuchtet und dann, wie unter 4. angegeben, behandelt. Von der so ermittelten Gesamtmenge des schwefelsauren Baryums wird die unter 4. gefundene Menge abgezogen; der Rest ergibt durch Multiplikation mit dem Faktor 0,3087 die entsprechende Menge Schwefelcalcium.

Ist Schwefelcalcium in größeren Mengen zugegen, was nur ausnahmsweise vorkommen kann, so ist die Oxydation mit Brom in alkalischer Lösung nach dem Verfahren von Rössing¹⁾ vorzunehmen.

6. Bestimmung der organischen Stoffe. Die qualitative Prüfung erfolgt durch Kochen mit verdünnter Natron- oder Kalilauge; es darf hierbei keine oder nur eine sehr geringe Braunfärbung der Lauge auftreten. Quantitative Bestimmungen, die übrigens stets nur Vergleichswert besitzen können, führt man nach Drenckmann²⁾ am besten durch Titration mit übermangansaurem Kalium aus, etwa in derselben Weise, wie man die organischen Stoffe im Wasser bestimmt.

7. Bestimmung des Zuckergehaltes der gebrauchten Knochenkohle. 100 g der Kohle kocht man 4—5 mal gründlich mit Wasser aus; die wäßrigen Auszüge werden nach Zusatz einiger Tropfen Sodalösung auf ein kleines Volumen eingedampft, in ein 100-ccm-Kölbchen gespült und wie üblich polarisiert. Der mit 0,26 multiplizierte Drehungsbetrag ergibt den Prozentgehalt an Zucker in der feuchten Knochenkohle, der unter gleichzeitiger Ausführung einer Wasserbestimmung auf die trockene Knochenkohle umgerechnet wird.³⁾

8. Bestimmung der Phosphorsäure in den Knochenkohlenabfällen. 5 g Substanz werden mit 50 ccm Salpetersäure (spez. Gew. 1,42) und 50 ccm reiner konzentrierter Schwefelsäure versetzt und eine halbe Stunde im gelinden Sieden erhalten. Nach dem Erkalten spült man die gesamte Flüssigkeit in einen 500-ccm-Kolben, füllt zur Marke auf, mischt und filtriert durch ein trockenes Filter. In 50 ccm des Filtrates (= 0,5 g Substanz) bestimmt man die Phosphorsäure nach der bekannten Molybdänmethode. Der Betrag des schließlich erhaltenen pyrophosphorsauren Magnesiums, mit den Faktoren 0,6376 bzw. 1,3919 multipliziert, ergibt die entsprechenden Mengen Phosphorsäure bzw. dreibasisches Calciumphosphat.

¹⁾ Zeitschr. f. anal. Chem., 41, 610; 1902.

²⁾ Vereinszeitschr. 1880, 733.

³⁾ Der Scheiblersche oder ein analoger Extraktionsapparat kann ebenfalls zur Auslaugung des Zuckers aus der gebrauchten Kohle angewandt werden.

B. Strontianit und strontiumhaltige Fabrikationsprodukte.

Diese Produkte sind bereits unter VII. B. (S. 85) abgehandelt worden.

C. Kalkstein.

Der Kalkstein bildet für die Zuckerfabriken das Rohmaterial für die Gewinnung des zur Scheidung erforderlichen Ätzkalkes (Scheidekalkes) sowie der zur Saturation nötigen Kohlensäure; auf seine möglichste Reinheit ist daher großes Gewicht zu legen, und Steine, die durch Magnesiumsalze, Gips, Ton, Kieselsäure, Alkalien usw. wesentlich verunreinigt sind, sollten in Zuckerfabriken keinesfalls Anwendung finden. Ausführliche Anweisungen über seine Analyse finden sich Bd. I, S. 572 und Bd. II, S. 131 ff.¹⁾.

D. Scheidekalk (gebrannter Kalk).

Aus der Untersuchung des zur Darstellung des Scheidekalkes benutzten Kalksteines läßt sich die Zusammensetzung des Scheidekalkes mit genügender Sicherheit ersehen. Ist eine Analyse geboten, so verfährt man wie bei Kalkstein, wozu jedoch dann noch die Bestimmung des Ätzkalkes kommt, wie sie Bd. I, S. 574 und Bd. II, S. 145 beschrieben ist²⁾. Die letztere genügt für sich allein in den meisten Fällen; im Betriebe wird sogar meist nur mittels des Aräometers der Gehalt an Kalkmilch gemäß der Tabelle von Blattner (Bd. I, S. 574) festgestellt.

Zur raschen Bestimmung der Baumégrade der Kalkmilch benützt Pellet³⁾ einen Glasballon von 200 ccm (genau abgeschnitten), ein dessen Gewicht bei Füllung mit Wasser entsprechendes Tarastück (z. B. von 285 g) und 20 kleine Bleistückchen, die der Tarazunahme für je 1° Bé zwischen 12 und 30° Bé entsprechen und auf der einen Seite ihr Gewicht aufgezeichnet tragen, auf der anderen die zugehörigen Grade Bé; besitzt also z. B. die Kalkmilch 20° Bé, so wird beim Ausprobieren jenes Bleistück das Gleichgewicht herstellen, das 31,8 g wiegt, und auf dessen Rückseite „20° Bé“ steht.

Einen sehr sinnreichen Apparat zur Ermittlung des ablöschbaren Ätzkalkes im gebrannten Kalk auf kalorimetrischem Wege hat Stiepel konstruiert⁴⁾. Vgl. Bd. I, S. 573 und Bd. II, S. 146.

¹⁾ Über die Bestimmung der Magnesia, die oft erhebliche Störungen der Schlammfiltration veranlaßt, s. Herzfeld (Vereinszeitschr. 1896, 204); vgl. auch „Anweisung“ (Berlin 1910), S. 13.

²⁾ Über eine rasche Bestimmung des Kalkgehaltes s. Herzfeld (Vereinszeitschr. 1896, 501); über eine allgemeine Methode zur Bestimmung von Kalk als Oxyd, Hydrat, Saccharat usw. neben Calcium-Carbonat, -Sulfat u. dergl. mittels verdünnter kalter Salmiaklösung s. Heyer (Chem.-Ztg. 34, 102; 1909).

³⁾ Sucrerie Belge 38, 465; 1910.

⁴⁾ Vereinszeitschr. 1901, 897.

E. Wasser.

Für den Betrieb der Zuckerfabriken ist das Wasser um so geeigneter, je weniger gelöste Stoffe es enthält, da diese in den Dampfkesseln zur Kesselsteinbildung führen können und auch stets eine Verschlechterung der Säfte bewirken. Die Analyse des Wassers ist Bd. II, S. 224 ff., diejenige für technische Zwecke Bd. II, S. 297 ff. beschrieben.

Das in den Dampfkesseln befindliche Wasser und die Speisewässer sind regelmäßig (am besten täglich zweimal) auf Alkalität zu untersuchen, deren plötzliches Sinken rechtzeitig auf Fehler des Betriebes aufmerksam macht, die, wenn vernachlässigt, schon nach kurzer Zeit verhängnisvoll werden können; fast stets handelt es sich um einen Gehalt der Brüden-, Fall- oder Kondenswässer an Zucker (durch Überkochen, Mitreißen u. dgl.). Qualitativ genügt, wie schon weiter oben erwähnt, die α -Naphthol-Reaktion; sobald diese deutlich oder deutlicher als normalerweise ausfällt, ist die quantitative Bestimmung vorzunehmen: die den Gefäßen (besser den Sammelchalen der kontinuierlich arbeitenden Tropfen-Probennehmer) entnommenen Proben werden unter Zugabe von etwas verdünnter Sodaauslösung auf dem Wasserbade eingedampft, worauf man die Flüssigkeit, die einige Liter des Wassers zurücklassen, in einen 200-ccm-Kolben bringt, ein wenig Essigsäure (bis zur Entfärbung) hinzufügt, mit etwa 4 ccm Bleiessig klärt und schließlich im 400-mm-Rohre polarisiert.

F. Soda, Ätznatron, Salzsäure, Schwefelsäure.

Hierüber sind die Spezialabschnitte im ersten Bande dieses Werkes zu vergleichen.

G. Saturationsgas; Kesselgase.

1. Saturationsgas.

Die Untersuchung des durch Brennen des Kalksteins oder des Strontianits erzeugten Saturationsgases beschränkt sich im allgemeinen auf den seinen Wirkungswert bedingenden Kohlensäuregehalt, den man schnell und hinreichend genau mit Hilfe der Stammerschen Röhre (s. Fig. 6) ermittelt. Zur Entnahme des Gases dient ein an der Rohrleitung zwischen der Pumpe und den Saturationsgefäßen angebrachter Probehahn, der durch einen Gummischlauch mit der Spitze der Röhre verbunden wird. Man läßt, nach gehörigem Ausblasen, das Gas einige Zeit durch die in Wasser eingestellte Röhre streichen, bis alle Luft vollständig verdrängt ist, schließt hierauf den Glashahn der Röhre und entfernt den Gummischlauch. Nach dem Einstellen auf den Nullpunkt bringt man von unten, am besten mittels eines Gummifingers, rasch ein Stückchen Kalihydrat in die Röhre, verschließt diese mit dem Daumen und schüttelt kräftig um. Beim abermaligen Einstellen der Röhre in

das Wasser tritt dieses an die Stelle der absorbierten Kohlensäure, und die Volumverminderung ergibt ohne weiteres den prozentischen Gehalt des untersuchten Gases.

Will man aus bestimmten Gründen andere Bestandteile des Saturationsgases ermitteln, vor allem einen etwa zu hohen Sauerstoffgehalt,



Fig. 6a.

Fig. 6b.

der entweder von zu großer Luftzufuhr zum Kalkofen oder von Undichtigkeiten im Saugstrange herrühren kann, so muß man das Gas aus der betreffenden Zone des Kalkofens oder aus den entsprechenden Stellen des Saugstranges mittels eines kräftigen Aspirators ansaugen. Zu diesen Untersuchungen bedient man sich am besten der Humpelschen Büretten und Absorptionspipetten (Bd. I, S. 262 ff. und III, S. 236 ff.). Bezüglich aller hierher gehörenden Einzelheiten sei auf das vortreffliche Spezialwerk von J. Seyffart¹⁾ hingewiesen.

¹⁾ Dr. J. Seyffart, Kesselhaus- und Kalkofenkontrolle. 2. Aufl. 1904, Schallehn und Wollbrück.

Auf Vorhandensein von schwefliger Säure im Sationsgase prüft man qualitativ meist nur in der Weise, daß man das Gas durch eine verdünnte Jodstärkelösung oder durch eine verdünnte, mit einer kleinen Menge chloresäuren Kaliums versetzte Indigolösung hindurchströmen läßt. Bei Anwesenheit von schwefliger Säure werden beide Flüssigkeiten allmählich entfärbt¹⁾.

Schwefelwasserstoff, der natürlich nur bei Abwesenheit von schwefliger Säure vorhanden sein kann, gibt sich durch den Geruch oder durch Braunfärbung eines mit Bleilösung getränkten Papierstreifens zu erkennen.

Wird mit schwefliger Säure saturiert, so unterbleibt in jenen Fabriken, die sich verflüssigter Säure bedienen, in der Regel jede Analyse des Gases; anderenfalls begnügt man sich meist mit einer Bestimmung in der Stammerschen Röhre, die jedoch schon der großen Löslichkeit der schwefligen Säure in Wasser wegen notwendig ungenau ausfallen muß und bestenfalls Vergleichswerte liefert.

2. Kesselgase.

Vgl. über deren Analyse und die Beurteilung der Resultate Bd. I, S. 233 ff. und 287 ff.

Es sei auch auf diejenigen Apparate hingewiesen, die den jeweiligen Kohlendioxydgehalt der Gase vermittelt eines Zeigers an einer empirisch graduierten Skala kontinuierlich anzeigen. Hierher gehören u. a. die Luxsche Gasvage, das Dasymeter von Siegert und Dürr, das Ökonometrometer von Arndt²⁾, der Apparat von Schultze³⁾; diejenigen Vorrichtungen, die sich unmittelbar in die Leitungen einschalten lassen, sind in vielen Fällen jenen vorzuziehen, die auf Ansammlung und spätere Analyse größerer Gasproben hinzielen, obwohl unter Umständen auch diese wieder besondere Vorteile bieten können.

H. Brenn- und Heizstoffe.

Hinsichtlich der vollständigen Untersuchung der genannten Materialien und der hier besonders wichtigen Vorschriften für richtige Probenahme sind die Spezialabschnitte im ersten Bande dieses Werkes (Bd. I, S. 289 ff.) zu vergleichen. Für die Praxis des Zuckerfabrikbetriebes kommen meist nur vergleichende Bestimmungen der Feuchtigkeit, der Asche (Bd. I, S. 290 u. 506) sowie des Schwefelgehaltes (Bd. I, S. 294 u. 507) in Betracht.

¹⁾ Genauere Angaben über die Bestimmung der schwefligen Säure finden sich auch in den Arbeiten von Buisson, Bull. Ass. Chim., 15, 146 und 17, 640.

²⁾ Vgl. Seyffart, a. a. O.

³⁾ Vereinszeitschr. 1904, 914.

IX. Produkte der Rohrzuckerindustrie.

Dem Zwecke des vorliegenden Werkes gemäß kann auf alle Einzelheiten der Untersuchungsweisen für die Ausgangsmaterialien und Produkte der Rohrzuckerindustrie nicht eingegangen werden, um so mehr, als die einschlägigen Methoden trotz zahlreicher, größten Lobes würdiger Arbeiten, doch in vieler Hinsicht noch jener Einheitlichkeit, Sicherheit und allgemeinen Anerkennung entbehren, die sich die weit älteren der Rübenzuckerindustrie allmählich errungen haben. Eingehende Zusammenstellungen bieten dem Fachmanne in erster Linie das ausgezeichnete Buch von Tervoooren („Handboek ten Dienste van de Suikerriet-Cultuur en de Rietsuiker-Fabricage of Java“, 2. Aufl., Amsterdam 1908; holländisch), ferner auch Prinsen-Geerligs' Abhandlung im 7. „Berichte der westjavanischen Versuchsstation Kagok“ (Tegal 1904; holländisch; s. auch „Internat. Sugar Journal“, Manchester 1904, Bd. 6, S. 380; englisch), Van Gorkum's Zusätze zu seiner Übersetzung von Prinsen-Geerligs' „Handbuch der Rohrzuckerfabrikation“ (Amsterdam 1910, S. 182; spanisch), Deerrs „Sugar and the Sugar Cane“ (Manchester 1905; englisch), und endlich Pellet-Chenu's Kapitel „Sucre de Canne“ in der französischen Ausgabe des Post-Neumannschen „Traité complet d'analyse chimique“ (Paris 1910); hingegen muß sich die hier zu gebende Darstellung darauf beschränken, nur einige besondere Arbeitsweisen, die als gut und brauchbar empfohlen werden, kurz zu besprechen und auf die Schwierigkeiten hinzuweisen, die sich auch bei ihnen der Erzielung sicherer Resultate noch entgegenstellen.

Vorausgeschickt sei gleich an dieser Stelle, daß bei allen in tropischen Gegenden auszuführenden polarimetrischen Bestimmungen der Einfluß der Temperatur zu berücksichtigen ist. Die aus Europa bezogenen, daselbst bei 20° C mit Normalquarzplatten eingestellten Polarimeter ergeben nämlich, wie Prinsen-Geerligs zeigte¹⁾, im tropischen Klima bei 30° C zwar noch richtige Ablesungen für diese Quarzplatten, aber nicht mehr für die äquivalente Normalmenge Zucker: statt + 100° findet man für diese nur + 99,7°, es besteht also für ± 1° C eine Differenz von ± 0,03°. Zur Korrektur empfiehlt es sich, da eine Abänderung der optischen Einrichtung umständlich und kostspielig wäre, die Beobachtungsröhren zu verlängern und statt der üblichen von 100, 200 und 400 mm solche von 100,25, 200,50 und 401 mm Länge anzuwenden. Will man eine rechnerische Korrektur vornehmen²⁾, so gilt, falls Zucker, Wasser und Lösung die Temperatur t aufweisen, die entsprechend abgeänderte Schönrocksche Formel $s_{20} = s_t + s_t \cdot 0,000318 (t - 20)$ oder, wenn Polarimeter und Kölbchen bei 17,5° justiert sein sollten, die Formel

$$s_{17,5} = s_t + s_t \cdot 0,00032 (t - 17,5).$$

¹⁾ Archiv f. d. Zuckerindustrie Javas 11, 722; 1993.

²⁾ Archiv f. d. Zuckerindustrie Javas 12, 832; 1904.

Aräometer, Spindeln, Refraktometer usw. sind ebenfalls den herrschenden Temperaturen gemäß einzustellen oder entsprechend zu korrigieren.

1. Das Zuckerrohr¹⁾.

Ein gutes Durchschnittsmuster vom Felde zu ziehen, wie das in der Praxis häufig verlangt wird, ist außerordentlich schwierig, ja eigentlich kaum möglich, denn selbst um nur vergleichbare Resultate zu ergeben, müßten die einzelnen Proben wenigstens annähernd richtige Mittel der Rohrqualitäten jedes Feldes darstellen. Am meisten empfiehlt es sich noch, jeder Parzelle der Versuchsfläche mindestens dreißig Stück Zuckerrohr zu entnehmen, indem man beiden Diagonalen entlang vorgeht; die einzelnen Rohre werden dann der gesamten Länge nach in zwei Hälften und diese in je vier Teile geteilt, worauf man vom ersten Rohre das erste und dritte Stück, vom zweiten Rohre das zweite und vierte Stück auswählt usw. Diejenige Probe, die schließlich zerkleinert wird, soll mindestens 8—10 kg wiegen.

Auch bei der Probenahme aus Waggon- und Schiffsladungen, die am besten während des Entladens geschieht, wird man selbst bei peinlichster Sorgfalt kaum auf wirklich zutreffende und untereinander übereinstimmende Ergebnisse rechnen dürfen.

Betreffs der Untersuchung des Rohres ist zu beachten, daß es bestimmte Teile des Rohres, die den „mittleren Zuckergehalt“ enthalten, nicht gibt; der Gehalt an Zucker und auch an Invertzucker variiert vielmehr je nach der Stellung der Glieder am Rohrstengel und nach deren anatomischen Eigenschaften.

Was die direkte Bestimmung des Zuckergehaltes im Rohre anlangt, so ist von den alkoholischen Methoden nur die Extraktion empfehlenswert, wird jedoch (obwohl sie eine gleichzeitige Bestimmung der Holzfaser-Trockensubstanz ermöglicht) nur selten angewandt; unbrauchbar ist die Stammersche Alkoholbreipolarisation, da es bisher nicht gelungen ist, aus Rohr den erforderlichen feinen Brei herzustellen. Die warme alkoholische Digestion gibt ebenfalls keine genügend zuverlässigen Resultate. Bei allen Verfahren, die ein längeres Erwärmen des oft stark sauren Saftes erfordern, empfiehlt es sich nach Krüger, ein wenig Calcium- oder Magnesiumcarbonat zuzusetzen, um nachträgliche Einwirkungen der freien Säure auf den Rohrzucker auszuschließen.

Eine Methode und einen Apparat zur direkten Zuckerbestimmung durch systematisches Auslaugen mittels heißen Wassers hat Zamaron²⁾ beschrieben. Die Rohrstücke werden zunächst auf einer besonderen Maschine³⁾ (coupe cannes) zu feinen Schnitzelchen zerkleinert,

¹⁾ Vgl. auch noch Pellet, *Études sur la canne à sucre*. Nancy 1898. — Krüger, *Das Zuckerrohr und seine Kultur*. Magdeburg und Wien 1899; bes. S. 167 ff.; ferner Krüger, „Zuckerindustrie-Kalender“ (Leipzig 1910; Teil I, S. 20 ff.).

²⁾ Bull. Ass. Chim. 15, 74. Vgl. Pellet, *Études sur la canne à sucre*, S. 75 ff., und in etwas abgeänderter Weise Pellet-Chenu, S. 382.

³⁾ Dupont, Bull. Ass. Chim. 13, 292; Pellet-Chenu, S. 377 ff.

die man in einem eisernen Mörser zu Pülpe zerstößt. Man bringt sodann 100 g der gut gemischten, womöglich ganz frisch bereiteten Pülpe in den siebartig durchlöchernten Metallkorb des Apparates, stellt diesen in den unten mit einem Abflaßhahn versehenen Behälter ein, gießt auf die Pülpe 200 ccm siedendes Wasser, erhält 10—12 Minuten im Sieden und läßt den wäßrigen Auszug durch den Abflaßhahn in einen Literkolben ab, in den man 10—15 ccm Bleiessig¹⁾ von 28° Baumé gebracht hat. Dasselbe Verfahren wiederholt man nun nochmals erst mit 200 ccm und dann mit 150 ccm Wasser und laugt auf diese Weise etwa sechsmal aus, so daß sich schließlich im Literkolben 960 ccm Flüssigkeit ansammeln. Nun kühlt man ab, füllt bis zur Marke auf, mischt, filtriert und polarisiert im 400-mm-Rohre; bei Anwendung des von Schmidt und Haensch konstruierten Polarisationsapparates ergeben die abgelesenen Grade, mit 1,3 multipliziert, den prozentischen Zuckergehalt des Rohres. Den im Metallkorbe verbliebenen Rückstand kann man mittels eines dem Apparate beigegebenen Stempels stark auspressen und in dem Korbe selbst bei 100—110° trocknen, wodurch sich (in annähernder Weise) die Menge der in 100 g Rohr enthaltenen Holzfaser-Trockensubstanz ergibt.

Die heiße wäßrige Digestion Pellets wird nach dessen Angaben²⁾ wie folgt ausgeführt:

Man wägt das einfache, doppelte oder dreifache Normalgewicht des fein zerkleinerten Rohres ab, bringt die Substanz in einen 100-, 200- bzw. 300-ccm-Kolben, fügt 10, 20 bzw. 30 ccm neutrale Bleiacetat-Lösung³⁾ und dann Wasser bis zur Marke hinzu; eine kleine durchlöchernte Bleischeibe, unter das Flüssigkeitsniveau des Kolbens gebracht, verhindert, daß luftgefüllte Faserteile an die Oberfläche der Flüssigkeit gelangen. Hierauf erhitzt man eine Stunde auf dem siedenden Wasserbade unter öfterem Umschütteln, läßt erkalten, füllt nach Entfernung der Bleischeibe auf und polarisiert schließlich das Filtrat im 200-mm-Rohr; das Ergebnis wird bei Anwendung von 26 g Material und bei Gebrauch des 100-ccm-Kolbens mit $\frac{100 - 2,6}{100} = 0,974$ multipliziert und ergibt dann den Zuckergehalt des Rohres in Prozenten. Am besten führt man nebeneinander zwei bis drei derartige Bestimmungen aus und nimmt deren Mittel.

Die Bestimmung der Trockensubstanz des Zuckerrohres kann in derselben Weise wie bei der Zuckerrübe (s. S. 14) mittels 10 g Substanz geschehen, gibt aber (wegen der Langsamkeit und Schwierigkeit, mit der das Wasser vollständig entweicht, und wegen beginnender Zersetzungen) nur sehr ungefähre Resultate und gestattet daher auch keine zutreffenden Schlüsse auf den Saftgehalt.

¹⁾ Über den Ersatz des basischen Bleiessigs durch neutrales Bleiacetat s. bei Pellet-Chenu, S. 382; ferner noch weiter unten.

²⁾ Pellet, *Études sur la canne à sucre*, S. 87; Pellet-Chenu, S. 381.

³⁾ In 1 L. Wasser 300 g dieses Salzes enthaltend.

Vielfach ersetzt man, wie Krüger¹⁾ erwähnt, in der Praxis die Bestimmung des Zuckergehaltes im Zuckerrohre durch eine Berechnung aus dem Zuckergehalte des ausgepreßten Saftes, indem man ansetzt: $\frac{\text{Zucker im Preßsaft} \times \text{Saftgehalt}}{100} = \text{Zucker des Rohres}$. Die

Ergebnisse dieser Berechnung sind natürlich in hohem Maße unzuverlässig, da der ausgepreßte Teil des Saftes (meist nur 60—65 %!) auch hier eine ganz andere Zusammensetzung zeigt wie der Gesamtsaft, ein bestimmtes Verhältnis beider Zusammensetzungen nicht besteht, und außerdem die Quantität und Qualität der gewogenen Saftmenge von der Art der Zerkleinerung, von der Höhe und Dauer des Druckes beim Pressen und von der Stellung und anatomischen Beschaffenheit der betreffenden Rohrglieder abhängt. Bei Anwendung dieser Preßsaftmethode muß man daher, um wenigstens einigermaßen vergleichbare Zahlen zu erhalten, stets unter ganz genau gleichbleibenden Verhältnissen arbeiten und namentlich in stets gleicher Weise abpressen; empfohlen wird für derlei Bestimmungen entweder die von Fontaine²⁾ beschriebene Walzenmühle oder die besonders kräftig konstruierte, bis 2 kg auf einmal verarbeitende Presse von Gallois und Dupont³⁾. — Die Zurückberechnung des Zuckergehaltes im Preßsaft auf jenen des ganzen Rohres (die Pellet auf Grund empirisch ermittelter Faktoren vorzunehmen empfiehlt) bleibt aber auch bei Anwendung dieser verbesserten Apparate eine unzuverlässige.

Zur Untersuchung von ausgepreßtem Zuckerrohre (Bagasse, Ampas) — bei dem die Probenahme sehr schwierig ist — finden die beschriebenen Methoden (besonders das Auslaugen oder Auskochen mit heißem Wasser und einigen cem Bleiessig oder Bleizucker) meistens ebenfalls Anwendung. Verbesserte Verfahren empfahlen in neuerer Zeit De Haan⁴⁾ sowie Davoll⁵⁾. Nach De Haan zerkleinert man das gesamte, reichlich große Muster mit der Hackmaschine, läßt es durch ein Sieb von 7 mm Maschenweite gehen (wobei nichts zurückbleiben darf!), kocht 20 g in einem tarierten Gefäß mit 250 cem Wasser 15 Minuten (unter Umrühren und Ersatz des verdampfenden Wassers), kühlt ab, setzt 3 cem Bleiessig zu, wägt, filtriert und polarisiert im 400-mm-Rohre. Nach Davoll zerkleinert man die Probe so weit, daß sie ein Drahtsieb mit etwa 10 Maschen auf 1 qcm ohne Rückstand passiert, zieht 26 g mit Alkohol von 80 % im Extraktionsapparate 1½ Stunden aus, bringt die Lösung auf 100 cem und polarisiert im 400-mm-Rohre.

Direkte Bestimmungen der Trockensubstanz im Ampas sind langwierig und schwierig; indirekte, z. B. auf Wägung eines bestimmten, stets in gleicher Weise mit Bagasse gefüllten Probegefäßes beruhende

¹⁾ Zuckerindustrie-Kalender 1910, S. 23; s. auch Pellet, *Sucrerie indigène et coloniale* 53, 170; 1899.

²⁾ Bull. Ass. Chim. 13, 291.

³⁾ Abbildung bei Pellet-Chenu, S. 379.

⁴⁾ Archiv für die Zuckerindustrie Javas 18, 118; 1910.

⁵⁾ Internat. Sugar Journal 11, 381; 1909.

(wobei ein zeitweilig direkt ermittelter Wassergehalt als konstant vorausgesetzt wird), können bestenfalls vergleichbare, für technische Zwecke ausreichende Ergebnisse liefern.

2. Fabrikationsprodukte.

Alle Fabrikationsprodukte sollen in möglichst frischem Zustande, also, wenn tunlich, sogleich nach der Probenahme, analysiert werden, da der Invertzucker und der leicht zersetzliche organische Nichtzucker sie sehr veränderlich machen, namentlich wenn sie stark sauer reagieren; dies gilt besonders auch für fertige Rohzucker, die infolge der Acidität oft schon nach ziemlich kurzer Zeit starke Polarisationsrückgänge aufweisen, die teils durch die Säure selbst bedingt sind, teils (in sehr wechselndem Grade) durch Mikroorganismen verursacht werden. Die Probenahme von solchen Produkten, namentlich von Rohzucker, ist eine äußerst schwierige.

Können Säfte oder Sirupe nicht sofort untersucht werden, so sind konservierende Zusätze unentbehrlich; gut bewährt haben sich auch hier Pastillen von Sublimat (0,01 g auf 100 cem), doch kann über die erforderliche Höhe des Zusatzes und über die Dauer der Haltbarkeit nur die Erfahrung entscheiden. Bleiessig ist nach Pellet¹⁾ unter allen Umständen zu vermeiden (s. unten) bzw. durch Bleiacetat (neutrales) zu ersetzen.

Die übliche Polarisierung der Rohrzuckerprodukte ergibt, auch wenn (was durchaus nötig ist!) den Einflüssen der Temperatur in der S. 103 erwähnten Weise Rechnung getragen wird, häufig Zahlen für die Zuckergehalte und die Reinheiten, die mit den Betriebsverhältnissen gänzlich unvereinbar sind. Diese Unregelmäßigkeiten werden nach Prinsen-Geerligs größtenteils durch die Art der Klärung mit basischem Bleiessig²⁾ bedingt, da dieser aus unreinen und namentlich aus salzhaltigen Lösungen die Fruktose des vorhandenen Invertzuckers in den Bleiniederschlag mit niederreißt. Während vom Traubenzucker nur relativ geringe Mengen in diesen mit eingehen, kann die ausgefällte Fruktose unter Umständen bis 23 % (nach Pellet bei längerer Einwirkungsdauer und höherer Temperatur sogar 40—80, ja binnen fünf Stunden bei 50° C sogar 100 %) der Gesamtmenge betragen, wodurch natürlich die Polarisationen sehr bedeutend erhöht erscheinen. Bei Mühlensäften und Dünnsäften, die meist ziemlich sauer und dabei salzarm sind, tritt diese Erscheinung weniger deutlich hervor, in steigendem Maße jedoch bei Kochklären, Sirupen, Nachprodukten und Melassen, die infolge ihrer dunklen Farbe ohnehin auch einen starken Bleiessigzusatz erfordern. Wünschenswert wäre es daher jedenfalls, den basischen

¹⁾ Bull. Ass. Chim., 17, 52; s. aber Maxwell, Chem.-Ztg. 29, Ref. 87; 1905 und de Haan, a. a. O.

²⁾ Prinsen-Geerligs, Archiv f. d. Zuckerindustrie Javas 6, 914; siehe auch 6, Beilage S. 272.

Bleiessig ganz zu verwerfen und als Entfärbungs- und Klärmittel ausschließlich neutrales Bleiacetat anzuwenden, wie dies auch Pellet als allein richtig und unbedingt empfehlenswert befunden hat ¹⁾. In der Praxis stößt dieser Ersatz aber noch auf mancherlei Schwierigkeiten und in der Regel wird der basische Bleiessig als ganz unentbehrlich bezeichnet, um so mehr, als Bleinitrat meist mindestens nicht besser wirkt, neutrales Acetat oder Knochenkohle oft nicht ausreichend entfärbt, und Zinkstaub von ungenügendem und unsicherem Erfolge ist. Um wenigstens stets vergleichbare Resultate zu erhalten, empfiehlt Prinsen-Geerligs, man möge das für die Produkte jeder Fabrik zuzusetzende Maximum an Bleiessig, das deren Melasse zur Polarisation genügend entfärbt, feststellen, dann aber diese nämliche Menge auch bei allen anderen Untersuchungen benützen; jedenfalls müssen aber sämtliche überhaupt vorkommenden Analysen in genau gleichbleibender Weise ausgeführt werden. Pellet rät hingegen, falls das neutrale Acetat oder der mit Essigsäure neutralisierte und gegen empfindliches Lackmuspapier neutral reagierende Bleiessig (in 30 proz. Lösung) nicht genügend entfärbt, entweder in kürzeren Röhren und mittels helleren Lichtes (elektrisches Licht, Acetylenlicht) zu polarisieren oder weitere entfärbende Hilfsmittel, am besten eine kalte Lösung schwefliger Säure oder frisch bereitetes Chlorwasser ²⁾ oder Natriumhypochlorit oder Chlorkalk und etwas neutrales Bleiacetat anzuwenden (nicht aber basisches Bleinitrat oder Knochenkohle, die fast stets ein Absorptionsvermögen für die Zuckerarten besitzt). Die schweflige Säure bietet noch den Vorteil, gleichzeitig Reste vorhandenen Bleies gänzlich niederzuschlagen, und ist hierzu geeigneter als selbst die besten der anderen zu diesem Zwecke vorgeschlagenen Mittel, z. B. das Natriumoxalat.

Nach Deerr ³⁾ erreicht man Entfärbungen, die denen mit Bleiessig gleichkommen, durch Klärung mittels Natriumaluminats, Aluminiumsulfats und einer geringen Menge Natriumhydrosulfits. Zur Untersuchung löst man das Normalgewicht in 50 ccm, gibt 3—5 ccm 10 proz. Natriumaluminatlösung (völlig frei von Kohlensäure) hinzu, dann einen kleinen Überschuß von Aluminiumsulfat und schließlich 0,25 g Natriumhydrosulfit; man füllt bis zur Marke auf, filtriert und polarisiert, wobei nach Wunsch auch das Volumen des entstehenden Niederschlages (0,58 ccm) berücksichtigt werden kann.

Nach Versuchen von Horne ⁴⁾ bietet bei der Analyse aller Kolonialprodukte der von ihm empfohlene Zusatz festen trockenen Bleisubacetates ganz besondere Vorteile.

¹⁾ Journal des fabricants de sucre 40, Nr. 15; 1899; Bull. Ass. Chim. 16, 1007, 1147; ferner 22, 744 und 25, 395; Sucrerie indigène 64, 67; 1904. Neuerdings verwirft Pellet sogar prinzipiell jede Klärung und Entfärbung (Intern. Sugar Journ. 12, 521; 1910).

²⁾ Vorschrift z. Bereitung nach Zamaron, Bull. Ass. Chim. 17, 52.

³⁾ Internat. Sugar Journ. 8, 388; 1906 und 9, 127; 1907.

⁴⁾ Bull. Ass. Chim. 23, 635; 1905. Vereinszeitschr. 59, 639; 1909.

Prinsen-Geerligs und F. Sachs¹⁾ fassen auch neuerdings noch ihr Urteil dahin zusammen, daß im allgemeinen kein anderes Mittel den Bleiessig genügend zu ersetzen vermag, daß man ihn aber stets nur neutralen oder schwach sauren Lösungen in möglichst begrenzter Menge zufügen und einen etwa vorhandenen Überschuß durch geeignete Mittel wieder ausfällen soll.

Da die direkte Polarisation der Kolonialprodukte, selbst wenn bei Ersatz des Bleiessigs durch neutrales Acetat die Ausfällung reduzierenden Zuckers und sonstiger reduzierender Stoffe sowie die Veränderung des Drehungsvermögens der reduzierenden Zucker vermieden wird, doch niemals richtige Resultate geben kann, so haben Pellet (a. a. O.) und Tervoooren²⁾ vorgeschlagen, alle Produkte, die reduzierenden Zucker enthalten, ausschließlich mittels der Inversionsmethode zu untersuchen; ob sich die Praxis diesen Vorschlag aneignen wird, erscheint jedoch noch fraglich, denn obwohl er gegenüber den üblichen Methoden zweifellos einen großen Fortschritt bedeutet, so bietet er doch der Ausführung durch die in vielen tropischen Ländern allein zu Gebote stehenden Hilfskräfte außerordentliche Schwierigkeiten dar; auch kann in wissenschaftlicher Hinsicht eingewandt werden, daß der reduzierende Zucker der Kolonialprodukte fast niemals einheitlicher Natur ist, und deshalb eigentlich die Anwendung keiner der optischen oder chemischen nur für bestimmte Individuen gültigen Konstanten völlig gerechtfertigt erscheint.

Was die Bestimmung des Reinheitsquotienten (s. S. 39) anlangt, so wird von Pellet³⁾ und ebenso von Prinsen-Geerligs⁴⁾ darauf hingewiesen, daß bei Rohrzuckersirupen die Unterschiede zwischen den Graden Brix und der wirklichen Trockensubstanz erheblich größer zu sein pflegen als bei Rübenzuckersirupen, indem die Differenzen, die bei konstanter Arbeitsweise einer bestimmten Fabrik allerdings auch ziemlich konstant zu bleiben pflegen, bei Klären und Sirupen ersten Produktes 1—2 %, bei jenen des zweiten Produktes 4—5 %, bei den Melassen aber 7—9 % betragen können. Wenn sich nun auch diese Unterschiede durch stets genau gleichmäßige Ausführung der Analysen (in gleicher Verdünnung, bei gleicher Temperatur bzw. unter Anbringung einer Temperaturkorrektur usw.) bis zu gewissem Grade ausgleichen lassen, so tut man nach Pellet doch besser, sobald es sich um die Erlangung zuverlässiger Resultate handelt, ganz auf die Spindelung (zu der vielfach Brixspindeln mit einer Normaltemperatur von 27,5° C im Gebrauche stehen)⁵⁾, zu verzichten und eine Wasserbestimmung vorzunehmen; der Quotient wäre dann aus dem Ergebnisse der

¹⁾ Zentralblatt f. Zuckerindustrie 17, 1119; 1909.

²⁾ Archiv f. d. Zuckerindustrie Javas 12, 321; 1904; nach Pellet (Bull. Ass. Chim. 25, 395; 1907) ist hierbei nur mit neutralem Bleiacetat zu klären und das Volum des Niederschlages nicht zu berücksichtigen.

³⁾ Bull. Ass. Chim. 13, 836 u. 16, 1140; Pellet-Chenu, S. 388.

⁴⁾ Archiv f. d. Zuckerindustrie Javas 10, 1093; 1902.

⁵⁾ Krüger, a. a. O.

Inversionspolarisation und dem Resultate der Wasserbestimmung zu berechnen. Aber auch die Wasserbestimmung in Produkten der Rohrzuckerindustrie unterliegt außerordentlichen Schwierigkeiten ¹⁾. Begründet sind diese einerseits in der Anwesenheit des Invertzuckers und besonders der Fruktose, die sich schon bei 95° zu zersetzen beginnt, andererseits in der Natur des organischen Nichtzuckers, der teils selbst sehr zersetzlich ist, teils auch schon bei der üblichen Trocknungstemperatur stetig neue Säuremengen erzeugt, die ihrerseits immer weiteren Rohrzucker invertieren. Pellet empfiehlt deshalb, erst die mit Ammoniak neutralisierten Massen zur Trocknung zu bringen und diese mittels Bimssteinzusatz und höchstens bei 102—103° zu bewirken, wobei jedoch Melassen auch nach 5—5½ Stunden immer noch Differenzen von 1—2 mg ergeben. Nach Krüger ²⁾ sollten Zuckerrohrprodukte, besonders aber Zuckerrohrsäfte, jedenfalls nicht oberhalb einer Temperatur von 90° C getrocknet werden, und auch dies womöglich nur mit Hilfe von Filtertrocknern mit Filtrierpapierrollen, deren große Oberflächen eine gewogene Menge Saft leicht aufzunehmen und das Wasser rasch abzugeben geeignet sind.

Trocknen in der Luftpore wird auch hierbei wohl nicht zu umgehen sein, wenn man genauere Resultate erreichen will; für die große Praxis ist aber die Anwendung von Luftpore meist schon zu kompliziert, und es haben deshalb einschlägige Verfahren, wie die von Drenckmann, von Thorne und Jeffers ³⁾ usw., keine Anwendung gefunden.

Prinsen-Geerligs empfiehlt ⁴⁾ auf Grund seiner umfassenden Erfahrungen, bessere Rohrzucker, etwa von 95 Pol. an, 2—3 Stunden bei 103—107° zu trocknen, wobei 5 g Substanz genügen; von geringwertigeren Zuckern, Sirupen, Füllmassen u. dgl. löst man 3 g in möglichst wenig heißem Wasser, läßt die Lösung durch 2 Filtrierpapierrollen von je 1 m Länge und 1 cm Höhe aufsaugen und trocknet 4 Stunden bei 105°.

Zur raschen Bestimmung der scheinbaren Reinheit des (stets nur in klarem und luftfreiem Zustande zu untersuchenden) Rohsaftes hat Weinberg ein Verfahren angegeben ⁵⁾, das, wie folgt, auszuführen ist: 1. Aus der abgelesenen Polarisation und den mit einer bei 17,5° geeichten Spindel bestimmten unkorrigierten Brixgraden ergibt die Schmitz'sche Tafel (s. oben S. 40) die Prozente Saccharose; 2. Aus diesen und aus den mit einer bei 17,5° geeichten Spindel bestimmten und der Temperatur entsprechend korrigierten Brixgraden berechnet man die Saftreinheit. Bedient man sich einer bei 27,5° C geeichten Spindel, so hat man die Temperaturkorrektur bei 1. abzu-

¹⁾ Gunning, Die Bestimmung des Wassers in den Rohrzuckern. Vereinszeitschr. 1894, S. 927.

²⁾ a. a. O., S. 25.

³⁾ Sucrerie Belge 1898, S. 499; diese Autoren trocknen bei 50—80 mm Luftpore, im Kohlensäurestrom, und in durch Alkoholdampf auf 65—70° erwärmten Röhrchen.

⁴⁾ Archiv f. d. Zuckerindustrie Javas 10, 1089; 1902.

⁵⁾ Archiv f. d. Zuckerindustrie Javas 8, 248; 1900. — Quotiententabellen von Kottmann und Maronier, s. Krüger, a. a. O., S. 40.

ziehen, bei 2. aber hinzuzuzählen; die jedesmalige Rechnung wird durch eine spezielle Tabelle überflüssig gemacht, aus der man die Quotienten unmittelbar ablesen kann.

Was die Bestimmung des reduzierenden Zuckers betrifft, so erwähnt Krüger eine praktisch vielfach übliche, wenngleich wenig genaue Methode, die darin besteht, daß 5 ccm zuvor verdünnte Fehlingsche Lösung mit dem mittels Bleiessig geklärten und verdünnten Rohrsaftes bis zur Entfärbung, unter den bei Invertzuckerbestimmungen zu beobachtenden Maßregeln, titriert werden. Man stellt hierbei also fest, wieviel Saft jedesmal erforderlich ist, um 5 ccm Fehlingsche Lösung gerade zu entfärben. Da 1 ccm Fehlingscher Lösung 2,5 mg Invertzucker entspricht, so läßt sich aus dem Ergebnisse der Titration leicht der Invertzuckergehalt des Saftes annähernd berechnen.

Tervooren¹⁾ leitet die Zusammensetzung auch sehr invertzuckerreicher Produkte mit Hilfe zweier Bestimmungen ab: 1. 13 g Substanz löst man im 100-ccm-Kölbchen, klärt mit 15 ccm Bleiessig, polarisiert das Filtrat wie üblich und verdoppelt das Resultat; 2. 6 g Substanz löst man im 250-ccm-Kolben, klärt mit 15 ccm Bleiessig, füllt auf und filtriert; 50 ccm des Filtrates bringt man in ein 100-ccm-Kölbchen, fällt Blei- und Kalkverbindungen mit 4 ccm Strieglierscher Natriumoxalat-lösung²⁾, füllt auf und filtriert; 50 ccm des Filtrates, 0,6 g Substanz enthaltend, kocht man 2 Minuten mit Fehlingscher Lösung und bestimmt wie gewöhnlich das metallische Kupfer. Aller weiteren Berechnung überhebt eine Tabelle, die auf Grund der Polarisationen (zwischen 10 und 60 liegend) und der Kupfergewichte (zwischen 100 und 400 mg liegend) den Gehalt an reduzierenden Stoffen direkt abzulesen gestattet. Das Verfahren liefert natürlich (ganz abgesehen von der nach Pellet³⁾ unbedingt verwerflichen Klärung mit Bleiessig) bestenfalls nur Vergleichswerte, die aber für viele praktische Zwecke genügend erscheinen.

Eine genauere Methode der Invertzuckerbestimmung in Kolonialprodukten, die auch auf das Reduktionsvermögen des Rohrzuckers in Gegenwart von Invertzucker Rücksicht nimmt, hat Winter⁴⁾ gearbeitet. Nach dieser kommen auf je 50 ccm Fehlingscher Lösung stets gleich große Mengen Rohrzucker in gleichbleibender Verdünnung zur Wirkung; um eine solche zu erreichen, ist natürlich eine vorherige Polarisation erforderlich (s. Tabelle XII).

50 ccm Fehlingscher Lösung werden mit 50 ccm des verdünnten Saftes 2 Minuten gekocht, worauf man das ausgefällte Kupferoxydul abfiltriert, auswäscht und, eventuell unter Beihilfe von chloresurem Kali, in titrierter Salzsäure löst. Den Überschuß der Salzsäure titriert man mit Natronlauge zurück, und aus jener Menge Natronhydrat, die der

¹⁾ Archiv f. d. Zuckerindustrie Javas 10, 897; 1902; die Tabelle bei Krüger, a. a. O., S. 65.

²⁾ Lippmann, Chemie der Zuckerarten, 1904, S. 607.

³⁾ Sucrerie indigène 64, 67; 1904.

⁴⁾ S. bei Krüger, a. a. O., S. 27.

Tabelle XII ¹⁾.

Tabelle zur Ermittlung der zu verwendenden Saftmenge und der in Anwendung kommenden Faktoren bei der Bestimmung des reduzierenden Zuckers in Rohrzuckersäften (nach Winter).

Anm.: H Gramm Saft sind nach Zusatz von Bleiessig zu 200 ccm zu verdünnen; 150 ccm des Filtrates werden mit schwefelsaurem Natron versetzt und zu 200 ccm aufgefüllt, filtriert und 50 ccm des letzteren Filtrates mit 50 ccm Fehlingscher Lösung 2 Min. gekocht.

P = Polarisation des ursprünglichen Saftes; $F \times G'$ (s. Tab. XIII) = Proz. Glykose.

H	P	F	H	P	F	H	P	F
80.00	10.0	6.67	57.14	14.0	9.33	44.44	18.0	12.00
79.21	1	73	56.74	1	40	44.20	1	07
78.43	2	80	56.34	2	47	43.96	2	13
77.67	3	87	55.94	3	53	43.72	3	20
76.92	4	93	55.55	4	60	43.48	4	27
76.19	5	7.00	55.17	5	67	43.24	5	33
75.47	6	07	54.79	6	73	43.01	6	40
74.77	7	13	54.42	7	80	42.78	7	47
74.07	8	20	54.05	8	87	42.55	8	53
73.39	9	27	53.69	9	93	42.33	9	60
72.72	11.0	7.33	53.33	15.0	10.00	42.11	19.0	12.67
72.07	1	40	52.98	1	07	41.89	1	73
71.43	2	47	52.63	2	13	41.67	2	80
70.80	3	53	52.29	3	20	41.45	3	87
70.18	4	60	51.95	4	27	41.24	4	93
69.57	5	67	51.61	5	33	41.03	5	13.00
68.97	6	73	51.28	6	40	40.82	6	07
68.38	7	80	50.95	7	47	40.61	7	13
67.80	8	87	50.63	8	53	40.40	8	20
67.23	9	93	50.31	9	60	40.20	9	27
66.67	12.0	8.00	50.00	16.0	10.67	40.00	20.0	13.33
66.12	1	07	49.69	1	73	39.80	1	40
65.57	2	13	49.38	2	80	39.60	2	47
65.04	3	20	49.08	3	87	39.41	3	53
64.52	4	27	48.78	4	93	39.22	4	60
64.00	5	33	48.48	5	11.00	39.02	5	67
63.49	6	40	48.19	6	07	38.83	6	73
62.99	7	47	47.90	7	13	38.64	7	80
62.50	8	53	47.62	8	20	38.46	8	87
62.02	9	60	47.34	9	27	38.28	9	93
61.54	13.0	8.67	47.06	17.0	11.33	38.10	21.0	14.00
61.07	1	73	46.78	1	40	37.92	1	07
60.61	2	80	46.51	2	46	37.74	2	13
60.15	3	87	46.24	3	53	37.56	3	20
59.70	4	93	45.97	4	60	37.38	4	27
59.26	5	9.00	45.71	5	67	37.21	5	33
58.82	6	07	45.45	6	73	37.04	6	40
58.39	7	13	45.20	7	80	36.87	7	47
57.97	8	20	44.94	8	87	36.70	8	53
57.55	9	27	44.69	9	93	36.53	9	60

¹⁾ Krüger, Zuckerindustrie-Kalender 1910, S. 48.

Tabelle XIII ¹⁾.

Tabelle zur Ermittlung von G' aus der dem Kupferoxydul äquivalenten Menge Natronhydrat bei der Bestimmung des reduzierenden Zuckers in Rohrzuckersäften (nach Winter).

Anm.: Um den Prozentgehalt eines Saftes an „Glykose“ zu ermitteln, stellt man nach der Lösung des Kupferoxyduls in 20 ccm Salzsäure durch Rücktitration den durch das Kupferoxydul bedingten Minderverbrauch an NaOH fest. In Tabelle XI entspricht G' der in 50 ccm der verdünnten Lösung enthaltenen Menge Glykose. Den Prozentgehalt des ursprünglichen Saftes an Glykose erhält man, indem man die für G' gefundene Zahl mit dem, neben der Polarisation des Saftes in Tabelle X angegebenen Faktor F multipliziert. Gewichtsanalytisch findet man den Gehalt an Glykose mit Hilfe der Spalte Cu von Tabelle XI.

Cu	G'	NaOH	Cu	G'	NaOH	Cu	G'	NaOH
—			0.070	0.0269	0.0885	0.110	0.0473	0.1391
—			71	0274	0898	111	0478	1404
—			72	0279	0911	112	0483	1417
—			73	0284	0923	113	0488	1429
—			74	0289	0936	114	0493	1442
0.035	0.0092	0.0443	75	0294	0949	115	0499	1455
36	0097	0455	76	0299	0961	116	0504	1467
37	0102	0468	77	0304	0974	117	0509	1480
38	0107	0481	78	0309	0987	118	0514	1493
39	0112	0493	79	0314	0999	119	0520	1505
0.040	0.0117	0.0506	0.080	0.0319	0.1012	0.120	0.0526	0.1518
41	0122	0519	81	0324	1025	121	0531	1531
42	0127	0531	82	0329	1037	122	0536	1543
43	0132	0544	83	0334	1050	123	0542	1556
44	0137	0557	84	0339	1063	124	0548	1569
45	0142	0569	85	0344	1075	125	0554	1582
46	0147	0582	86	0349	1088	126	0559	1594
47	0152	0594	87	0354	1100	127	0564	1606
48	0157	0607	88	0359	1113	128	0570	1619
49	0162	0620	89	0364	1126	129	0576	1632
0.050	0.0167	0.0632	0.090	0.0370	0.1138	0.130	0.0581	0.1644
51	0172	0645	91	0375	1151	131	0586	1657
52	0177	0658	92	0380	1164	132	0591	1670
53	0182	0670	93	0385	1176	133	0597	1682
54	0187	0683	94	0390	1189	134	0603	1695
55	0192	0696	95	0395	1202	135	0608	1708
56	0197	0708	96	0400	1214	136	0613	1720
57	0202	0721	97	0405	1227	137	0618	1733
58	0207	0734	98	0410	1240	138	0624	1746
59	0212	0746	99	0415	1252	139	0630	1758
0.060	0.0218	0.0759	0.100	0.0241	0.1265	0.140	0.0635	0.1771
61	0223	0772	101	0426	1278	141	0640	1783
62	0228	0784	102	0431	1290	142	0645	1796
63	0233	0797	103	0436	1303	143	0651	1809
64	0238	0810	104	0441	1316	144	0657	1821
65	0243	0822	105	0447	1328	145	0662	1834
66	0248	0835	106	0452	1341	146	0667	1847
67	0253	0847	107	0457	1353	147	0672	1859
68	0258	0860	108	0462	1366	148	0678	1872
69	0263	0873	109	0467	1379	149	0684	1885

¹⁾ Krüger, Zuckerindustrie-Kalender 1910, S. 49.

Cu	G'	NaOH	Cu	G'	NaOH	Cu	G'	NaOH
0.150	0.0689	0.1897	0.200	0.0970	0.2530	0.250	0.1266	0.3162
151	0694	1910	201	0975	2542	251	1271	3175
152	0699	1923	202	0981	2555	252	1277	3188
153	0705	1935	203	0987	2568	253	1283	3200
154	0711	1948	204	0993	2580	254	1289	3213
155	0716	1961	205	0999	2593	255	1295	3226
156	0721	1973	206	1005	2606	256	1300	3238
157	0726	1986	207	1011	2618	257	1306	3251
158	0732	1999	208	1017	2631	258	1312	3264
159	0738	2011	209	1023	2644	259	1318	3276
0.160	0.0744	0.2024	0.210	0.1029	0.2656	0.260	0.1324	0.3289
161	0749	2036	211	1035	2669	261	1329	3301
162	0754	2049	212	1041	2682	262	1335	3314
163	0760	2062	213	1047	2694	263	1341	3327
164	0766	2074	214	1053	2707	264	1347	3339
165	0772	2087	215	1059	2720	265	1353	3352
166	0777	2100	216	1065	2732	266	1358	3365
167	0782	2112	217	1071	2745	267	1364	3377
168	0788	2125	218	1077	2758	268	1370	3390
169	0794	2138	219	1083	2770	269	1376	3403
0.170	0.0800	0.2150	0.220	0.1089	0.2783	0.270	0.1382	0.3415
171	0805	2163	221	1095	2795	271	1387	3428
172	0810	2176	222	1101	2808	272	1393	3441
173	0816	2188	223	1107	2821	273	1399	3453
174	0822	2201	224	1113	2833	274	1405	3466
175	0828	2214	225	1119	2846	275	1411	3479
176	0833	2226	226	1125	2859	276	1416	3491
177	0838	2239	227	1131	2871	277	1422	3504
178	0844	2252	228	1137	2884	278	1428	3516
179	0850	2264	229	1143	2897	279	1434	3529
0.180	0.0856	0.2277	0.230	0.1149	0.2909	0.280	0.1440	0.3542
181	0861	2289	231	1155	2922	281	1445	3554
182	0866	2302	232	1161	2935	282	1451	3567
183	0872	2315	233	1167	2947	283	1457	3580
184	0878	2327	234	1173	2960	284	1463	3592
185	0884	2340	235	1179	2973	285	1469	3605
186	0889	2353	236	1184	2985	286	1474	3618
187	0894	2365	237	1190	2998	287	1480	3630
188	0900	2378	238	1196	3011	288	1486	3643
189	0906	2391	239	1202	3023	289	1492	3656
0.190	0.0912	0.2403	0.240	0.1208	0.3036	0.290	0.1498	0.3668
191	0917	2416	241	1213	3048	291	1503	3681
192	0923	2429	242	1219	3061	292	1509	3694
193	0929	2441	243	1225	3074	293	1515	3706
194	0935	2454	244	1231	3086	294	1521	3719
195	0941	2467	245	1237	3099	295	1527	3732
196	0946	2479	246	1242	3112	296	1532	3744
197	0952	2492	247	1248	3124	297	1538	3757
198	0958	2505	248	1254	3137	298	1544	3769
199	0964	2517	249	1260	3150	299	1550	3782

zur Lösung des Kupferoxyduls erforderlichen Menge Salzsäure äquivalent ist, kann man (nach Tabelle X) G' ermitteln, dessen Wert, mit dem entsprechenden Faktor der Tabelle IX multipliziert, die Prozente

des im Saft vorhandenen Invertzuckers ergibt. — Den Ausdruck $\frac{\text{Invertzucker} \times 100}{\text{Rohrzucker}}$ pflegt man auch als Invertzucker-Koeffizienten zu bezeichnen und betrachtet ihn als einen wichtigen Vergleichswert für die Beschaffenheit der verschiedenen Produkte.

Allen diesen Methoden gegenüber bleibt nochmals daran zu erinnern, daß der fälschlich „Glykose“ benannte „reduzierende Zucker“ der Zuckerrohrprodukte niemals einheitlicher Natur ist, sondern ein Gemisch von Glykose, Invertzucker, deren Zersetzungs- und deren Umwandlungsprodukten darstellt; betreffs der mannigfachen Natur und weiteren Veränderlichkeit dieser Produkte sei auf die Arbeiten von Lobry de Bruyn und van Ekenstein verwiesen ¹⁾. Verfahren, die ein konstantes Drehungs- und Reduktionsvermögen des reduzierenden Zuckers voraussetzen, können daher, der Natur der Sache nach, niemals für jeden Einzelfall wirklich zutreffende Resultate liefern; es bleibt aber natürlich kein anderes Mittel übrig, als sie trotz dieser Mängel dennoch anzuwenden und sich mit annähernden und vergleichbaren Ergebnissen zu begnügen.

Von näherer Erörterung der mancherlei sonstigen analytischen Spezial-Verfahren, die in der Kolonialzucker-Industrie üblich sind, muß an dieser Stelle abgesehen werden; ohnehin gehen sie in den verschiedenen Rohrzucker erzeugenden Ländern weit auseinander und sind nicht nur von lokalen Bedingungen und von den sehr wechselnden Anforderungen abhängig, die seitens der betreffenden Industrie an die Genauigkeit der chemischen Kontrolle und der Verlustbestimmung gestellt werden, sondern nicht selten auch von Handelsgebräuchen, steuerlichen Maßregeln der Mutterländer, fiskalischen Zwecken, usw., kurz von Einflüssen, denen gegenüber der wissenschaftliche Standpunkt keine oder nur eine nebensächliche Rolle zu spielen pflegt.

Erwähnt sei nur noch, daß es zur Analyse der aus Bagasse (Ampas) und Melasse oder dgl. zusammengemischten Futtermittel („Molascuit“ genannt) zuverlässige Methoden noch nicht gibt; am besten verfährt man daher nach Prinsen-Geerligs ²⁾, indem man eine abgewogene Menge mit Wasser erschöpfend auslaugt, den Extrakt auf ein bestimmtes Volumen bringt und hierauf Brixgrade, Inversionspolarisation und reduzierende Zucker bestimmt. Die Summe von Rohr- und Invertzucker ergibt den Gesamtzucker, und man kann nun die Reinheit der Melasse, ihre angewandte Menge und den Zucker- und Melassengehalt des Futtermittels berechnen, vorausgesetzt, daß die Rohrmelasse (der Erfahrung entsprechend) im Mittel 60 % Gesamtzucker enthält.

¹⁾ Vereinszeitschr. 1895, 909 und 1090; 1896, 669; 1897, 1026.

²⁾ Archiv f. d. Zuckerindustrie Javas Bd. 17, 601; 1909.

Stärke, Dextrin.

Von

Prof. Dr. C. v. Eckenbrecher-Berlin,
Vorsteher der Rohstoffabteilung am Institut für Gärungsgewerbe.

I. Stärke.

Die Fabrikation der Stärke beruht im wesentlichen auf sehr einfachen und rein mechanischen Operationen. Diese bestehen darin, das Rohmaterial fein zu zerkleinern, um die stärkehaltigen Zellen bloßzulegen, aus ihm die Stärke mittels Wassers auszuwaschen, diese absetzen zu lassen und zu trocknen.

Wo die mechanische Zerkleinerung nicht ausreicht, den Inhalt der Zellen für das Auswaschen genügend freizulegen, wie bei den Getreidekörnern, überläßt man die Rohmaterialien entweder einer Gärung, oder man wendet Chemikalien an (ätzende Alkalien und Säuren, namentlich schweflige Säure), um hierdurch eine vollkommenere Aufschließung zu bewirken.

In der Praxis findet eine regelmäßige analytische Kontrolle des Fabrikbetriebes nicht statt, so sehr dies zu wünschen wäre. Man begnügt sich im allgemeinen damit, die Rohmaterialien auf ihren Stärkegehalt und das fertige Produkt der Handelsware auf seine Reinheit und den Wassergehalt zu prüfen.

Die Untersuchungen, welche bei der Stärke und der Stärkefabrikation in Betracht kommen, beziehen sich 1. auf das Rohmaterial, 2. auf das Fabrikat, 3. auf die Abfallprodukte und 4. auf die in der Fabrikation zur Verwendung kommenden Hilfsrohstoffe.

A. Die Untersuchung des Rohmaterials.

In Deutschland wird die Stärke vorwiegend aus Kartoffeln und Weizen gewonnen, weniger ausgedehnt ist die Fabrikation von Mais- und Reisstärke.

Alle diese Rohstoffe werden für die Zwecke der Fabrikation hauptsächlich nur auf ihren Stärkegehalt untersucht. Bei den Körnerfrüchten erstreckt sich die Untersuchung noch auf die Bestimmung des Wasser-