

gewähren, damit sie aufrecht stehen bleiben und ferner den, etwa durchsickernde Milch aufzunehmen. Das kommt indessen nur vor, wenn die verwendete Hülse nicht sorgfältig angefertigt wurde.

Die Watte saugt die Milch leicht auf, gibt derselben eine grosse Verdunstungsfläche und ist der Trockenrückstand alsdann der fettauflösenden Wirkung des Äthers leicht zugänglich. Die Extraction des Fettes geht rasch und vollkommen vor sich.

Papier und Watte sind absolut fettfrei nicht zu haben (wenn auch die Watte aus bezeichneter Firma einen nur minimalen Gehalt an Fett hat), und man muss deshalb, wenn es auf ganz correcte Ergebnisse ankommt, Papier und Watte oder auch die fertigen Hülse vor ihrem Gebrauche mit Äther entfetten, was, wenn man einmal dafür eingerichtet ist, keine grosse Schwierigkeiten hat.

Einen wesentlichen Fehler begeht man übrigens nicht, wenn man bei vergleichswisen Bestimmungen, wie es bei Untersuchung von Molkereimilch der Fall ist, den Gehalt von Watte und Papier, bez. für eine Hülse ermittelt und von dem erhaltenen Fettgehalt in Abzug bringt.

Unsere Watte enthält 0,017 Proc. Fett (bez. in Äther lösliche Bestandtheile), unser Papier 0,4 Proc.; bei neuem Bezug wird der Gehalt von Neuem bestimmt, derselbe ist aber selten abweichend. Anderes Papier und andere Watte dagegen können einen erheblich anderen, meist höheren Gehalt haben. Wir haben Watte zur Untersuchung gehabt von 0,3 bis 0,64 Proc. Fettgehalt. Die zu einer Hülse nöthige Papiermenge wiegt etwa 1,5 g, die Watte 2 bis 2,2 g, deren Fettgehalt beträgt demnach 0,006 und 0,0034 g, zusammen 0,0094 g. Im Durchschnitt verwenden wir etwa 18 g Milch. Wollte man den Fettgehalt der Hülse ganz vernachlässigen, so würde der Fehler in einem Plus von 0,05 Proc. Fett für die Milch bestehen. Bringt man (in unserem Falle) regelmässig 0,01 g von der erhaltenen Fettmenge in Abzug, so wird der Fehler ein minimaler, jedenfalls nicht grösser, als andere unvermeidliche Beobachtungsfehler es sind.

Ist das Verfahren zunächst nur für Milchfettbestimmungen bestimmt, so schliesst das nicht aus, dass man nicht gleichzeitig auch den Gehalt an Trockensubstanz bez. Wasser bestimmen kann; man braucht nur die leere Hülse in einem Trockengläschen vorher zu trocknen, zu wägen und dann wie zur Fettbestimmung zu benutzen.

Als Ätherextractions-Apparat benutzen wir den Soxhlet'schen Apparat, der jedoch

eine Abänderung erfahren hat. Bereits vor 6 Jahren liess Obengezeichneter nach seiner Angabe von der Firma Ephraim Greiner in Stutzerbach Apparate anfertigen, bei welchen der Extractionsapparat oben mit dem Kühlrohr, unten mit dem Kölbchen durch eingeschliffene Glasteile verbunden ist, so dass die Verwendung von Korken gänzlich ausgeschlossen ist. Genannte Firma, welche für diese Abänderung des Soxhlet'schen Apparats Patent alsbald nachsuchte und erhielt, fertigt diese Apparate mit eingeschliffenem Kühlrohr und Kölbchen so vorzüglich an, dass die einzelnen Theile, aneinandergesetzt, fest verbunden bleiben ohne alle Unterstützung; zur Sicherung, — man hat es immerhin mit Äther zu thun, — haben wir jedoch noch sich federnde Klammern angebracht, welche das Kölbchen umfassen und so den ganzen Apparat halten. 8 Apparate, nebeneinander aufgestellt, finden ihre gemeinschaftliche Kühlung durch einen schmalen, aber hohen Kühlkasten. Die Apparate sind numerirt, zu jedem derselben gehören 3 für denselben eingeschliffene Kölbchen, sodass derselbe Apparat dicht hinter jeder Extraction von Neuem benutzt werden kann und, wenn ein Kölbchen durch Bruch verloren geht, nicht der ganze Apparat ausser Dienst kommen muss. Apparate und Kölbchen sind also bezeichnet mit 1, 2, 3 . . . , die Kölbchen mit 1a, 1b, 1c, 2a, 2b, 2c u. s. f.

Brennstoffe, Feuerungen.

Rauchverbrennung. Nach W. P. White und R. Wallbank (D.R.P. No. 47 474) wird durch ein über der Feuerbrücke in das Flammrohr mündendes, durch den Dampf- und Wasserraum des Kessels geführtes Rohr durch ein Gebläse Luft von oben in das Flammrohr eingetrieben.

Ch. S. Smith und G. H. Davis (D.R.P. No. 47 306) wollen zur Verbesserung der Verbrennung Abdampf in den Feuerraum leiten. (Beide Vorschläge sind durchaus unpraktisch.)

Das Niederschlagen von Russ aus Rauch wurde nach Versuchen von R. Irvine (J. Ch. Ind. 1889 S. 377) mit einem kleinen Glaskasten wesentlich beschleunigt, wenn zwei gegenüberstehende Eisenplatten mit einer kleinen Dynamomaschine verbunden wurden. Für den Grossbetrieb in Russfa-

briken hält Irvine das Verfahren aber doch für zu theuer. (Vgl. Jahresb. 1887 S. 413 u. 414.)

Hüttenwesen.

Flusseisen vom Peiner Walzwerk ist nach H. Wedding (Verh. Gewerbfl. Sitzb. 1889 S. 90) für Hufnagelherstellung mindestens ebenso brauchbar, als schwedisches Holzkohleneisen.

Das Entschwefeln von Erzen will O. B. Peck (D.R.P. No. 48 091) dadurch erreichen, dass er dieselben in geschmolzenem Zustande der Einwirkung der Centrifugalkraft aussetzt, um den Unterschied in der auf zwei oder mehrere Elemente einer Verbindung vermöge ihrer verschiedenen specifischen Gewichte ausgeübten Kraft derartig zu vergrössern, dass dieser Unterschied die von der chemischen Verwandtschaft ausgeübte Anziehungskraft zwischen den einzelnen Elementen übertrifft und diese so aus ihrer Verbindung trennt. (Mit wie viel Umdrehungen?)

Zur Herstellung von Aluminiumlegirungen wollen R. Falk und A. Schaag (D.R.P. No. 48 078) eine möglichst concentrirte Aluminiumlösung verwenden, welche dadurch hergestellt wird, dass Aluminiumhydrat in einer Säure gelöst und die Lösung dann mit metallischem Aluminium gesättigt wird. Zu dieser Lösung setzt man eine die Fällung von Aluminiumhydrat durch ein Alkali verhindernde, organische Säure, als Weinsäure oder Citronensäure, und neutralisirt alsdann unter Zusatz von Alkaliphosphaten oder Boraten völlig mit einem Alkali, für welchen Zweck sich die Hydrate und Carbonate von Kalium, Natrium oder Ammonium eignen. Dann löst man bis zur völligen Sättigung irgend eine Kupferverbindung in einer concentrirten, wässerigen Lösung von Cyankalium oder Cyannatrium mit Ammoniak, Kali, Natron oder Ammoniumcarbonat. Diese alkalische Kupferlösung mischt man mit etwa der doppelten Menge der Aluminiumlösung und versetzt diese Flüssigkeit zur Erhöhung der Leitungsfähigkeit mit Nitraten oder Phosphaten, als Kalium-, Natrium- oder Ammoniumphosphat. Diese Flüssigkeit kann man dann zu dem galvanischen Niederschlag von Aluminiumkupferlegirung benutzen. Für die Anode wird Kupfer angewendet. Dieselbe hängt so lange frei im Bade, bis die niedergeschlagene Legirung die gewünschte Färbung erreicht hat. Um nun diese Färbung dem Niederschlag zu erhalten und um zu verhindern, dass der-

selbe dunkler bez. rother wird, muss die Wirkung der Kupferanode dadurch geschwächt werden, dass man dieselbe in irgend einer Weise von dem Bade durch eine poröse Scheidewand trennt, z. B., indem man sie in eine poröse Zelle bringt, welche man in das Bad eintaucht.

Aluminiumbronze. Nach L. Q. Brin (Eng. P. 1888 No. 3547) werden flüchtige Aluminiumsalze wie Al_2Cl_6 in eine Thonretorte geleitet, in welcher Kupferabfälle, eingepackt in eine mit Wasser zu Brei angerichtete Mischung aus 2 Th. Borax, 2 Th. Kochsalz und 1 Th. Soda, auf 800° bis 900° erhitzt werden. Andere Mischungen bestehen aus 100 Th. Thon (mit 50 Proc. Al_2O_3), 125 Th. Kochsalz, 15 Th. Flussspath, oder 100 Th. Thon, 80 Th. Kochsalz, Chlorkalium u. dgl. und 65 Th. gepulverter Schlacke einer früheren Operation. Die aus der Retorte entweichenden Aluminiumsalzdämpfe werden in gekühlten, glasirten Steinguttöpfen verdichtet.

Das in der Retorte reducirte Aluminium bildet mit dem Kupfer (oder Kupferlegirung) eine 1,5 bis 2 proc. Bronze, deren Aluminiumgehalt durch Wiederholung der Operation angereichert werden kann. B.

Aluminium und Legirungen desselben werden nach S. Pearson, J. Liddon und J. H. Pratt (Eng. P. 1888 No. 5316) durch zweistündiges Schmelzen einer Mischung aus 100 Th. Kryolith, 50 Th. Bauxit, Kaolin oder Thonerdehydrat und 50 Th. Koks oder Anthracit in einem Kohlentiegel oder einem mit Kohle ausgefütterten Tiegel oder Ofen erhalten. Das Aluminium soll in Form sehr kleiner Kugeln in der Schlacke vertheilt sitzen und soll sich bei nochmaligem Schmelzen der Schlacke mit je 25 Th. Kochsalz und Chlorkalium als Regulus am Boden des Tiegels ansammeln. Besser noch erfolgt angeblich die Trennung des Metalles von der Schlacke, wenn man diese in gepulvertem Zustande in schmelzendes Zink einträgt. Dieses nimmt das Aluminium auf und wird abdestillirt. Wird Kupfer statt Zink benutzt, so erhält man eine Bronze. B.

Maassanalytische Bestimmung von Nickel. Th. Moore (Chem. N. 59 S. 292) fand bei weiteren Versuchen mit seinem Verfahren (S. 254 d. Z.), dass grosse Mengen von Ammoniaksalzen und Anwesenheit von Mangan die Genauigkeit der Resultate beeinflussen. Sein jetziges Verfahren ist frei von diesem Übelstande, ohne dass die

Entfernung von Eisen, Aluminium, Zink und kleiner Mengen Mangan nöthig ist.

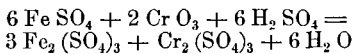
Die schwachsaure Lösung wird mit einem Überschuss von Natriumpyrophosphat versetzt, bis der zuerst entstehende Niederschlag sich wieder gelöst hat; sie bildet dann eine practisch farblose Flüssigkeit. Man säuert nun schwach mit Salzsäure an und stellt darauf mit Salmiakgeist deutlich alkalische Reaction her. Zu dieser Lösung lässt man Normal-Cyankalium laufen bis zum Verschwinden der blauen Farbe, fügt nun Ferrocyankupferemulsion hinzu und fährt mit dem Zusatz von Cyankalium fort, bis die violettbraune einer gelben Farbe Platz macht.

Statt einer Ferrocyankupfer-Emulsion kann eine Lösung dieses Salzes in Ammonoxalat in Anwendung kommen.

Ein grosser Vortheil dieser Methode liegt darin, dass Eisen u. s. w. aus der Lösung nicht entfernt zu werden brauchen.

B.

Zur Chrombestimmung in Eisen und Stahl löst E. Wahlberg (Jernk. Ann. 1888 S. 67) 0,5 g Chromstahlspäne in 10 bis 15 cc Salpetersäure von 1,2 sp. G., verdunstet zur Trockne, mischt mit 2 g Magnesiumoxyd, 1 Th. kohlensaurem Natrium und 1 Th. chlorsaurem Kalium, erhitzt im Platintiegel langsam und erhält dann 2 Stunden lang auf heller Rothglut. Alles Chrom ist dann als Alkalichromat vorhanden. Man übergiesst mit 50 bis 100 cc Wasser, setzt zur Entfernung des Alkalimanganates einige Tropfen Alkohol zu, verdunstet den Alkohol völlig und löst dann Alles mit verdünnter Schwefelsäure. Nun setzt man 25 cc einer Lösung von 10 g Ferrosulfat in 1000 cc Wasser und 200 cc Schwefelsäure zu:



und titirt das überschüssige Ferrosulfat mit Kaliumpermanganat zurück.

Nach Kosmann (Bergh. Zg. 1889 S. 204) wird die salpetersaure Lösung der Chromstahlspäne unter Zusatz von Schwefelsäure bis zur Austreibung der Salpetersäure, aber nicht zur Trockne verdampft, bis dass sich Schwefelsäuredämpfe zeigen. Man nimmt dann die abgekühlte Masse mit Wasser unter Zusatz von etwas Salzsäure auf, verdünnt hinlänglich und stumpft die Säure mit Ammoniak ab. Hierauf setzt man 15 bis 20 cc einer 10proc. Lösung von Wasserstoff-superoxyd (vgl. S. 71 d. Z.) hinzu, dann Ammoniak im Überschuss und kocht. Hierdurch wird sämtliches Eisenoxyd und das Mangan als Superoxyd ausgefällt und Chrom-

säure befindet sich in Lösung. Man füllt die gesammte Flüssigkeit mit Niederschlag zu 500 cc auf und filtrirt davon einen Theil in einen Messkolben, aus dem man die zu titirenden Mengen entnimmt; man säuert dieselben mit Schwefelsäure an und titirt wie Wahlberg mit Ferrosulfat und Chamäleon.

Zur Bestimmung des Chroms in Chromeisenstein mischt C. Reinhardt (Chemzg. 1889 S. 430) 0,5 desselben mit 3 g Natronkalk und 1 g Kaliumchlorat, erhitzt im bedeckten Platintiegel $1\frac{1}{2}$ Stunden lang, übergiesst dann mit Wasser, löst durch Zusatz von Salzsäure und füllt zum Liter auf. Ein Theil der Flüssigkeit wird nun mit Ferrosulfatlösung versetzt, der Überschuss mit Permanganat zurücktitirt.

Zur Bestimmung des Chroms in Eisen und Stahl löst Reinhardt (Stahleisen 1889 S. 404) 10 g der Probe in 100 cc Salzsäure von 1,19 sp. G., setzt dann Kaliumchlorat zu und verdunstet auf etwa 50 cc. Dann wird verdünnt, filtrirt und der Rückstand auf dem Filter gut ausgewaschen. Das Filtrat wird siedend mit Natriumhypophosphitlösung versetzt, so dass die Chromsäure rasch reducirt wird, dann mit Zinkoxydmilch im Überschuss versetzt, nach einiger Zeit der Niederschlag von Chromoxyd abfiltrirt und ausgewaschen. Der Niederschlag wird auf dem Filter in heisser verdünnter Salzsäure gelöst, die Lösung mit etwas Natriumhypophosphit gekocht und mit Zinkoxyd gefällt. Der abfiltrirte Niederschlag wird mehrere Male mit heissem Wasser ausgewaschen, sodann wieder in heisser verdünnter Salzsäure gelöst und heiss mit Ammon gefällt. Chromoxydhydrat wird gefällt, während Zink in Lösung bleibt. Es empfiehlt sich schliesslich, den abfiltrirten und ausgewaschenen Niederschlag nochmals zu lösen und mit Ammon zu fällen, um ihm das Zink vollends zu entziehen. Man wäscht sodann den Niederschlag gut mit heissem Wasser aus, trocknet das Filter und verascht dieses sowie dasjenige mit dem in Salzsäure unlöslichen Rückstand in einem geräumigen Platintiegel. Nach dem Erkalten mischt man etwa 8 g eines Gemisches von 4 g Natriumchlorid (calciniert), 1 g Natriumcarbonat und 1 g Kaliumchlorat zu, erhitzt erst gelinde, sodann stärker und so lange, bis die Schmelze ruhig fliesst. Nach dem Lösen der Schmelze setzt man eine kleine Menge Alkohol zu, um mangansaures und übermangansaures Alkali zu zersetzen und als Hyperoxydhydrat abzuscheiden. Man filtrirt ab, wäscht den Rückstand mit heissem Wasser aus, säuert

das Filtrat mit Salzsäure an, kocht und dampft unter Zusatz von Schwefligsäure in einer Porzellanschale zur Kieselsäureabscheidung zur Trockne, nimmt den Rückstand mit Salzsäure und heissem Wasser auf, filtrirt die Kieselsäure ab, erhitzt das Filtrat in einer Platinschale auf dem Wasserbade und fällt in geringem Überschuss mit Ammon, erhitzt längere Zeit, filtrirt, wäscht mit heissem Wasser aus, trocknet, glüht und wägt das Chromoxyd.

Zur Bestimmung des Kupfers löst Reinhardt 10 g Eisen in derselben Weise, reducirt mit Natriumhypophosphit, fällt mit Schwefelwasserstoff, filtrirt das Schwefelkupfer ab und wäscht mit kochendem Wasser aus. Das Filter wird rasch getrocknet, sodann in einem gewogenen Porzellantiegelchen von 25 mm Höhe, 32 mm oberem Durchmesser, welches man in einen grösseren Platintiegel steckt und mit Platindeckel verschliesst, erhitzt, sodann Platintiegel wie Deckel schief stellt und bis zur völligen Veraschung des Filters glüht, und als Kupferoxyd wägt.

Zur Bestimmung des Zinks in Eisen-erzen werden nach B. Platz (Stahleisen 1889 S. 494) 5 g der Probe in Salzsäure gelöst, dann 2 bis 3 cc Salpetersäure zugesetzt, zur Trockne verdampft, gelöst und filtrirt. In das 80 bis 100° warme stark angesäuerte Filtrat wird Schwefelwasserstoff eingeleitet, um etwa vorhandenes Kupfer, Arsen und Antimon abzuscheiden, Eisenchlorid in Eisenchlorür überzuführen und die Lösung, welche mindestens 200 cc betragen soll, zugleich mit Schwefelwasserstoff zu sättigen. Soll Kupfer bestimmt werden und hat sich ein Niederschlag ergeben, so filtrirt man denselben mit dem ausgeschiedenen Schwefel ab, andernfalls unterlässt man das Filtriren, fügt Essigsäure und Ammonacetat zu und lässt aus einer Bürette, dessen Röhre man in die Flüssigkeit einsenkt, in zuerst stärkeren Mengen, zuletzt tropfenweise unter fortwährendem Bewegen des Gefässes Ammoniak hinzufliessen, bis der dadurch erzeugte Niederschlag eine graue Färbung angenommen hat. Der Niederschlag besteht aus Schwefelzink mit etwas Schwefeleisen. Verschwindet nach kräftigem Umschütteln des Glases die graue Farbe nicht mehr, so tröpfelt man verdünnte Salzsäure (1 : 50) bis zum Weisswerden hinzu und hierauf wieder vorsichtig verdünntes Ammoniak, bis eine bleibende lichtgraue Färbung eingetreten ist. Ein weiteres Merkmal für die Beendigung der Reaction bietet die leicht erkennbare Erscheinung, dass nach Vollendung der Ausfällung der Schwefelzinkniederschlag sich zusammenballt und anfängt

sich abzusetzen. Nach dem Absitzen filtrirt und wäscht man mit essigsäure- und schwefelwasserstoffhaltigem Wasser aus. Hat man richtig gearbeitet, so bleibt das Filtrat durch weiteren Zusatz von Ammoniak klar, indem das auf der Oberfläche der Lösung jedesmal erzeugte Schwefeleisen durch Umschütteln sofort gelöst wird. Das Filter sammt Inhalt gibt man in ein Becherglas, fügt eine genügende Menge verdünnter Salzsäure (1 : 6) hinzu, rührt um, filtrirt und wäscht, wenn Schwefelkupfer vorhanden ist, mit salzsäure- und schwefelwasserstoffhaltigem Wasser aus. Sollte beim Schwefelzink sich etwas Kobalt und Nickel befunden haben, so bleiben die Schwefelverbindungen dieser Metalle ungelöst zurück. Man verjagt hierauf im Filtrate den Schwefelwasserstoff durch Erhitzen, lässt erkalten, versetzt mit Natriumcarbonat in geringem Ueberschusse, erhitzt zum Sieden, filtrirt, trocknet den so erhaltenen Niederschlag von basischem Zinkcarbonat und glüht ihn in bekannter Weise.

Die Trennung des Kupfers von Antimon geschieht nach R. Finkener (M. Vers. Berlin 1889 S. 76) durch Fällung der Hauptmenge des Kupfers als Jodür und durch Abscheidung des Restes aus ammoniakalischer Lösung als Sulfid.

Zinnloth, welches 30 Proc. Blei enthält, wird nach J. Rothe (M. Vers. Berlin 1889 S. 86) stärker von Essig angegriffen, als 10proc. Loth.

Eisensprengungen. H. Münch (Österr. Zft. Bergh. 1889 S. 323) berichtet über weitere Sprengungen einer grossen Ofensau, zweier Natronschmelzkessel und eines Presscylinders (vgl. S. 397 d. Z.).

Darstellung von Siliciumkupfer. Nach W. Feld und G. v. Knorre (D. R. P. No. 48 029) wird das im Hauptpatent (S. 290 d. Z.) erwähnte Gemenge von 150 Th. Kupfer oder 190 Th. Kupferoxyd, 33 Th. Kieselerde und 30 Th. Kupferchlorid bez. von 150 Th. Kupfer oder 190 Th. Kupferoxyd, 50 Th. Kieselerde und 30 Th. Kochsalz unter Weglassung der Kohle mit Theer zu einer plastischen Masse angerührt; diese Masse wird zu faustgrossen Stücken geformt, in einen Tiegel oder Glühofen eingetragen, wobei man dieselben durch dazwischen gestreutes Kohlenpulver vor dem Zusammenbacken schützt. Nachdem die Beschickung mit Kohlenpulver überdeckt ist, um ein Wegbrennen des Theers zu verhindern, wird der Tiegel bez. die im Ofen befindliche

Masse so lange schwacher Rothglut ausgesetzt, bis der Theer vollkommen verkohlt ist. Die geformten Stücke sind nun völlig fest geworden und enthalten eine zur Reduction ausreichende Menge fein vertheilter Kohle. Die Stücke werden, um die schädliche Einwirkung des in Mineralkohlen enthaltenen Schwefels zu vermeiden, am besten mit Holzkohle und einem schlackenbildenden Zuschlag von Quarz und Kalk im Schacht-ofen niedergeschmolzen. Die Schlacke schützt das entstandene Siliciumkupfer vor Oxydation. Der geringe Schwefelgehalt des angewendeten Theers wird durch das bei der Reduction entweichende Chlor unschädlich gemacht. Bei Anwendung von 0,8 Proc. Schwefel enthaltendem Theer liess sich ein nachtheiliger Einfluss auf das entstandene Product nicht feststellen.

Ersetzt man das Kochsalz durch äquivalente Mengen Chlorkalium, Chlorcalcium oder Chlormagnesium, so bleibt bei sonstiger Innehaltung obiger Vorschrift das Resultat dasselbe.

Flussspath bewirkt ebenso wie Kochsalz und die anderen erwähnten Chloride die Bildung von Siliciumkupfer. Bei Anwendung desselben mischt man den Theer mit 75 Th. Kupfer bez. 95 Th. Kupferoxyd, 30 Th. Kieselerde und 30 Th. Flussspath und behandelt des Weiteren die Masse, wie oben angegeben. Bei genauer Innehaltung dieser Vorschrift gewinnt man ein etwa 7 Proc. Silicium enthaltendes Product.

Probirofen. Nach L. St. Rainer (Österr. Zft. Bergh. 1889 S. 269) sind in dem Laboratorium der G. A. Scheid'schen Affinerie in Wien die Probirofen ganz eingemauert, aber zwischen den Ofenwänden *d* (Fig. 163)

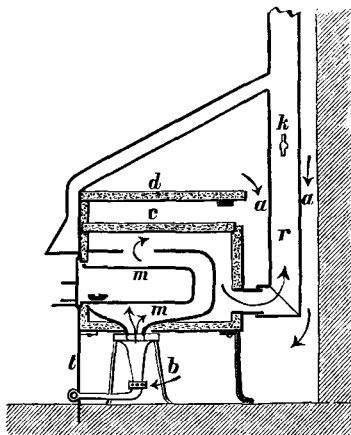


Fig. 163.

und der Mauerung Luftkanäle *a* ausgespart, durch welche oben rings um die Ofenröhren *r* kalte Luft einströmt, an diesen und den

heissen Ofenwänden *c* erwärmt wird und erst dann zu dem Brenner *b* tritt. Die eiserne Thür *t* bleibt geschlossen. Ein solcher Ofen mit 16 cm weiter Muffel gebraucht stündlich 1,92 cbm Leuchtgas, damit die zum Abtreiben von Silberproben nöthige Temperatur bei offener Muffel und 3 cm innerhalb der Muffelöffnung eingehalten wird.

Glas, Thon, Cement.

Löslichkeit der Sulfide im Glase. Nach R. Zsigmondy (Dingl. 273 S. 29) löst sich Schwefelcadmium in Glas; dasselbe, Kaisergelb genannt, zeichnet sich durch eine sattgelbe, feurige Farbe mit schwachem Stich ins Grünliche aus. Schwefeleber färbt das Glas schwarz, Schwefelmolybdän gibt dunkelrothbraunes Rubin bis Röthlichgelb. Zinnsulfür färbt grünlichgelb, Schwefelkupfer dunkelbraun, Schwefelblei schwärzlich lebrig.

Zur Prüfung des Glases auf Angreifbarkeit empfiehlt F. Mylius (Z. Instr. 1889 S. 50) eine Eosinlösung, welche dadurch hergestellt wird, dass man Äther mit Wasser schüttelt, dann in je 100 cc desselben 0,1 g Jodeosin löst.

Glasgegenstände, deren Oberfläche geprüft werden soll, müssen zuvor durch sorgfältiges Abspülen mit Wasser, Alkohol und zuletzt mit Äther von den nie fehlenden anhaftenden Verwitterungsproducten befreit werden und kommen dann sogleich, noch vom Äther benetzt, mit der Eosinlösung in Berührung. Glasröhren werden zu diesem Zweck am besten mit der Lösung gefüllt. Es hat sich bewährt, die Einwirkung jedesmal 24 Stunden andauern zu lassen. Der Glasgegenstand wird dann mit Äther abgspült. Je nach der Angreifbarkeit der Oberfläche ist dieselbe nun mit einer mehr oder weniger stark gefärbten Schicht bekleidet, welche gewöhnlich gleichartig und durchsichtig erscheint; nur bei sehr schlechten Glassorten ist die Schicht matt und krystallisch. Derartige Gläser zersetzen sich mit Wasser so stark, dass sie durch Abspülen vom Alkali nicht befreit werden können, weil es sich immer wieder aufs Neue erzeugt. Daher kommt es auch, dass die Eosinlösung auf solche Oberflächen sogleich einwirkt, während dies bei besseren Glassorten erst im Laufe einiger Stunden geschieht.

Die Löslichkeit von Glas in Wasser untersuchten F. Mylius und F. Förster (Z. Instr. 1889 S. 120). Bei Behandlung von Wasserglas mit Wasser löst sich weit mehr Natron als Kieselsäure. Von Wasser-

glas, welches auf je 1 Mol. Natron 3,2 Mol. Kieselsäure enthielt, löste Wasser auf 1 Mol. Na_2O 0,32 bis 0,55 Mol. Si O_2 . Das Natronwasserglas hat mithin durch die Einwirkung des Wassers eine so erhebliche Zersetzung erfahren, dass man wohl annehmen darf, dieselbe sei für die Auflöslichkeit des Glases Bedingung. Man darf daher aussprechen, das Natronwasserglas sei als solches in kaltem Wasser unlöslich.

Während der in Lösung gegangene Theil des Wasserglases reicher an Alkali ist als das ursprüngliche Glas, ist der Rückstand daran ärmer. Noch vollständiger tritt diese Zersetzung hervor bei der Behandlung des fein gepulverten Glases mit einer verhältnissmässig grossen Menge Wasser; man erhält dann einen reichlichen pulverförmigen Rückstand, welcher aus Kieselsäure mit sehr wenig Natron besteht. (Ber. deutsch. G. 1889 S. 1094.)

Kalilauge löst Kieselsäure leichter als Natronlauge. Demeitsprechend bildet das gepulverte Kaliwasserglas mit wenig Wasser gekocht viel leichter eine vollständige Lösung als das Natronwasserglas. Je nach der Concentration zeigt die Lösung alle Grade der Viscosität; eine in der Wärme stark viscosa Lösung erstarrt in der Kälte zu einer durchsichtigen Gallerte.

Die grosse Verwandtschaft des Kaliwasserglases zum Wasser gibt sich bei geeigneter Berührung beider in einer deutlichen Wärmeentwicklung kund. 50 g gepulvertes Kaliwasserglas, in welchem sich auf 1 Mol. K_2O 3 Mol. Si O_2 befanden, wurden mit so viel Wasser durchtränkt, dass ein dicker Brei entstanden war, in einer Flasche sich selbst überlassen; die Temperatur der Umgebung war 18° ; nach einer Viertelstunde war die Temperatur in der Mischung auf 32° , also um 14° gestiegen und hielt sich auf ähnlicher Höhe geraume Zeit. Dasselbe Glas wurde im Probirrohre mit etwas Wasser im Wasserbade auf 55° erwärmt; nach einigen Minuten betrug die Temperatur der Mischung 80° , also 25° mehr als im umgebenden Bade. Nach etwa 10 Minuten war der Brei zu einer gleichartigen Masse erstarrt, und die Temperatur sank wieder.

Die Eigenschaft des Kaliwasserglases, durch Aufnahme von Wasser je nach dessen Menge zu einer viscosen Lösung oder einer mehr oder weniger festen Gallerte aufzuquellen, erklärt die weitere bemerkenswerthe Eigenschaft, unter Wasser wie der hydraulische Mörtel zu erhärten; die einzelnen Theile des pulverförmigen Glases werden durch das Quellungsproduct innig verkittet, und man erhält in ein bis zwei

Tagen eine steinharte, glasige Masse, deren bis zu 50 Proc. betragender Wassergehalt bei starkem Erhitzen unter gewaltigem Aufblähen der Masse entweicht. Um das Wasser vollständig daraus zu entfernen, ist die Hitze aber bis zur Rothglut zu steigern. Wird Wasserglaslösung im Vacuum eingedampft, so erhält man ebenfalls zunächst das wasserhaltige Glas, welches zuletzt spröde wird und in feine Stücke zerspringt; es gelang jedoch selbst bei monatelangem Trocknen im Vacuum nicht, mehr als einen geringen Theil des gebundenen Wassers daraus zu entfernen; beim Glühen ging es unter starkem Aufblähen in eine birsteinartige Masse über und verlor dabei 12,6 Proc. an Gewicht. Das wasserhaltige Glas lässt mit feuchtem Lackmuspapier eine alkalische Reaction erkennen und löst sich leichter in Wasser als das wasserfreie Glas.

Durch das rasche Erhärten des gepulverten Kaliwasserglases mit Wasser unterscheidet sich dasselbe wesentlich vom Natronwasserglase. Wird mit diesem der erwähnte Versuch angestellt, so ist zunächst eine Aufnahme von Wasser nicht zu bemerken. Erst im Laufe einiger Monate wird die Masse allmählich fest, wobei die über dem Gemenge befindliche Lösung immer zähflüssiger wird und schliesslich zu einer durchsichtigen Masse erhärtet, welche die etwa noch nicht hydratisirten Glaskörnchen mit einander verkittet. Natürlich kann bei einer so langsamen Umsetzung von einer merkbaren Wärmeentwicklung nicht die Rede sein.

Natron und Kali werden im Glase sowohl durch die Kieselsäure wie durch den Kalk gebunden. Die Widerstandsfähigkeit von Glas gegen Wasser wird durch das Vorhandensein von Doppelsilicaten von Kalk und Natron oder Kali bedingt.

Erhärtungstheorie der hydraulischen Bindemittel. K. Zulkowski (Ber. österr. G. 1889 S. 57) ist mit den Schlussfolgerungen Knapp's (Jahresb. 1887 S. 284), dass der aus Schlacken und Portlandcement gelöste Kalk nicht an Kieselsäure gebunden wäre, nicht einverstanden. Er erinnert daran, dass er bereits vor 26 Jahren in der Zeitschr. des niederösterr. Ingen. V. ausgesprochen habe, Cement müsse freien Ätzkalk enthalten. Er arbeitete insofern genauer als Knapp, als er eine Lösung von Magnesiumnitrat in absolutem Alkohol anwandte, um eine Einwirkung von Wasser auszuschliessen und eine nachträgliche Verbindung von Kalk mit dem Silicate zu verhindern. Er gelangte zu folgenden Schlüssen:

1. Das Brennen des natürlichen und künstlichen hydraulischen Kalkes bewirkt eine Aufschliessung des Thonerde-eisenoxysilicates (Thon) durch den Kalk unter Bildung eines stark basischen, im Wasser angreifbaren Silicates.

2. Wird dasselbe nicht bis zur Sinterung, sondern bis zum Schmelzen getrieben, so wird sämtlicher Kalk gebunden und die hydraulischen Eigenschaften gehen verloren.

3. Erfolgt das Brennen nur bis zur Sinterung, so ist das Produkt ein Gemenge von freiem Kalk in höchst vertheilter Form und einem geschmolzenen oder gefritteten basischen Silicate, welches letzteres mit dem übrigbleibenden Kalke unter Mitwirkung des Wassers eine weitere Verbindung einzugehen vermag.

Er hält noch heute an derselben fest, obzwar er seitdem zu der Überzeugung gekommen ist, dass sich das Vorhandensein des Ätzkalkes auf obige Weise nicht erweisen lässt. Die im Feuer gebildeten stark basischen Kalk-Thonerde-Eisenoxysilicate werden schon durch die schwächsten Mittel unter Abgabe von Kalk angegriffen, und man wird mit dem „Auslaugen“ desselben nicht recht fertig. Selbst das Wasser führt Zersetzungen herbei, worauf ja eben die Wirksamkeit des hydraulischen Kalkes beruht.

Die Versuche von Mylius (S. 418) sprechen ferner dafür, dass der Beweis von der Anwesenheit freien Kalkes im hydraulischen Kalke auf analytischem Wege nicht erbracht werden kann, voraussichtlich aber durch synthetische Versuche.

Feuerfestigkeit. C. Bischof (Thonzg. 1889 S. 332) macht Bemerkungen über die Berechnung des sog. Feuerfestigkeitsquotienten. Dagegen räumt H. Seger dem directen praktischen Versuch die erste und meist einzige Stelle zur Beurtheilung ein. Wenn man die aus der Analyse berechneten Zahlenwerthe auch für die reinsten und feuerfestesten Thone gelten lassen kann, so sind sie doch für alle gröberen, unreinen und niedriger stehenden Thone nicht brauchbar, dies ist aber die grössere Mehrzahl. Wenn man jedoch so weit geht, selbst Ziegelthone und Lehme, sei es durch Berechnung der Feuerfestigkeitszahl oder durch den praktischen Versuch bei Platinschmelzhitze auf ihre Feuerfestigkeit zu prüfen, so ist dieses zweifellos fehlerhaft.

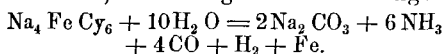
Lufttreibende Portlandcemente und die Darrprobe. L. Tetmajer vertheidigt in einer Sonderbeilage der Schweiz. Bauztg. vom 6. Juli d. J. (gef. eingcs.) seinen Standpunkt gegen Schiffner (S. 371 d. Z.). Er zeigt, dass tadellose Portlandcemente sämt-

liche Volumenbeständigkeitsproben vollkommen bestehen. Die ausschliesslich an der Luft gelagerten Kuchen zeigen helle Klangfarbe, keine Spuren von Formveränderungen und tadellose Verfestigung. Ausnahmsweise und sodann meist vereinzelt treten bei diesen Probekörpern Ausblühungen sowie die charakteristischen, kleinen warzenförmigen, anrissigen, meist völlig cohäsionslosen Beulen und Ablösungen auf. Bei den bestandenen, als fehlerhaft und zweifelhaft bezeichneten Portlandcementen mit tadellosem Verhalten unter Wasser sind Darr-, Glüh- und Kochprobe meist gleich schlecht bestanden, und erscheinen die Kuchen bei ausschliesslicher Luftlagerung in der Regel mehr oder weniger mürbe, kantenbrüchig, oder sie sind geradezu zerfallen. Die ebenen, schlammfreien Oberflächen dieser Probekörper sind meist besät mit Ausblühungen und Warzenbildungen. Löst man mittels einer Nadel die gewöhnlich lockere, zerreibliche Warzenhaut ab, so erscheint oft schon dem freien Auge, stets unter der Lupe ein gewöhnlich hellgelblich, oft bläulichgrau gefärbtes Körnchen oder eine mehligte Masse, welches bez. die, ähnlich dem körnigen Kalke oder den Mergelknollen im Ziegelthone, durch Volumenvergrösserung jene Ausblühungen und Warzenbildungen hervorgerufen hat. Führt man mit dem Finger sachte über diese Gebilde, so zerfallen sie meist zu Staub. Weil die angezogenen Gebilde einen meist örtlichen Charakter tragen, selten die ganze Masse gleichmässig durchsetzen, — in welchem Falle allerdings die Probekörper bei Luftlagerung gänzlich zerfallen — haben wir es hier mit fassbaren Unhomogenitäten zu thun, über deren Ursprung kaum Zweifel herrschen kann. Nach seiner Ansicht können die Unhomogenitäten nur von mangelhafter Aufbereitung des Rohstoffes, mangelhaftem Brande beziehungsweise von der Fahrlässigkeit in der Klinkersortirung herrühren, wodurch mit normalen Klinkern halbgares Material in schädlichen Mengen vermahlen wird. Tetmajer ist überzeugt, dass er, wenn er ausschliesslich mit so hochwerthigen Portlandcementen experimentirt hätte, wie sie (mit geringen Ausnahmen) die deutsche Cementindustrie liefert, weder das Luftzerfallen zu beobachten noch die Darrprobe einzuführen Gelegenheit gefunden hätte.

Unorganische Stoffe.

Reinigung der Rohsoda unter Gewinnung von Ammoniak aus den Verunreinigungen. In einem Vortrage vor

der Liverpool Section der Soc. of Chem. Ind. bringt J. L. Hawliczek (J. Ch. Ind. 1889 S. 351) die bis jetzt mit seinem Verfahren (Eng. P. 1886 No. 5456) erzielten Resultate an die Öffentlichkeit. Dasselbe gründet sich auf folgende Thatsache: Wenn Ferrocyanide, Cyanate oder Sulfocyanide der Alkalien, ohne den Dissociationspunkt des Ammoniaks zu überschreiten, bei genügend hoher Temperatur mit Wasserdampf behandelt werden, so zersetzen sich die Cyanogenverbindungen in Ammoniak, welches abdestillirt, und kohlensaures Alkali, welches zurückbleibt, nach folgender Gleichung:



Diese Zersetzung lässt sich quantitativ durchführen, wenn man die Temperatur zwischen 360 und 415° hält. Im Fabrikbetriebe darf man die von den Sodabroden zurückgehaltene Wärme nicht verloren gehen lassen, man lässt dieselben daher nur so weit abkühlen, dass sie in kleine Brocken zerbrochen werden können. Selbstverständlich ist darauf zu achten, dass nicht der Kern der Brode noch halbfüssig ist. Die physikalische Beschaffenheit der Rohsoda spielt eine wichtige Rolle. Je geringer die Porosität derselben, um so kleiner muss man die Stücke zerbrechen.

Die Sodabrode gelangen zuerst in einen gewöhnlichen Steinbrecher, gross genug, um ein ganzes Brod auf einmal aufzunehmen. Die zerbrochenen Stücke fallen in ein gezahntes Walzenbrechwerk, welches sich je nach Beschaffenheit des Brodes weiter oder enger stellen lässt. Die zerkleinerten Massen werden mittels Hebwerk in die schmiedeisernen Zersetzungsgefässe befördert, welche genügend gross sind, um eine Production, entsprechend 250 t Sulfat, zu verarbeiten. Rohre führen den von den Überhitzern kommenden Dampf oben ein, während unten die ammoniakalischen Dämpfe abgeleitet werden. Um möglichst ammoniakreiche Dämpfe zu erhalten, werden drei Apparate hintereinander geschaltet. Die Gefässe selbst ruhen auf eisernen Säulen und sind derartig eingemauert, dass die von den Sodaöfen abgehenden Feuergase die erforderliche Wärme liefern. Zu- und Abführungskanäle für Luft dienen zur Regelung der Temperatur.

In erster Linie handelte es sich darum, die Cyanogen-Verbindungen möglichst vollständig zu zersetzen und das daraus entstehende Ammoniak zu gewinnen. Die Versuchsbedingungen und Resultate sind in nebenstehender Tabelle zusammengestellt.

Die so behandelte Rohsoda liess sich sehr gut auslaugen, und zeigte der Rück-

Datum	Beschickung Brode	Temp. in den Zersetzungsgefässen	Temp. des überhitzten Dampfes	Dauer der Behandlung mit Dampf
1887				
30. April	3	393	293	3 St. 50
30. -	3	387	287	3 St. 40
22. Juli	4	387	287	—
22. -	4	387	299	—
28. -	3	398	287	—
28. -	3	393	299	—

Datum	Analyse d. Rohsoda		Auf 100 Ammoniak		
	Proc. NH ₃ der Rohsoda	Proc. NH ₃ nach der Zersetzung	Proc. zersetzt	Proc. gewonnen	Proc. in Rohsoda zurückbleibend
1887					
30. April	0,0880	0,00572	93,5	93,5	6,5
30. -	0,0833	0,00458	94,5	94,5	5,5
22. Juli	0,0816	0,01068	86,9	86,9	13,1
22. -	0,0816	—	100,0	—	—
28. -	0,0600	0,01194	80,1	80,1	19,9
28. -	0,0610	0,00549	91,0	91,0	9,0

stand dieselben Eigenschaften, wie der nach dem alten Verfahren erhaltene. Der Schwefelgehalt, welcher sonst 1,4 bis 2,0 Proc. des Alkalis der Laugen ausmacht, betrug in diesem Falle um 0,44 Proc. In Anbetracht der Thatsache, dass die sonst so lästigen Cyanverbindungen jetzt ein werthvolles Product liefern, musste darauf hingearbeitet werden, die Cyanbildung beim Sodaschmelzprocesse zu begünstigen. Die Innehaltung folgender Bedingungen soll den Zweck erreichen:

1. Verwendung stark stickstoffhaltiger Mischkohle.

2. Die Einrichtung sogenannter Nachbeschickungen in den Revolverofen kurz vor dem Zeitpunkte des Steifwerdens. Ein Drittel der ganzen Beschickungsmenge kann zu diesem Zwecke zurückbehalten werden, ohne die Arbeit zu beeinträchtigen.

3. In dem Revolverofen muss, besonders gegen Ende der Operation, eine möglichst niedrige Temperatur gehalten werden.

Verfasser berechnet, dass Sodafabriken, welche wöchentlich 200 bis 250 t Sulfat verarbeiten, jährlich 150 bis 200 t schwefelsaures Ammon im Werthe von 36 000 bis 40 000 Mk. als Nebenproduct gewinnen können.

B.

Eisenfreie Aluminiumsalze, besonders Thonerdesulfat erhält E. Augé (Eng. P. 1889 No. 1189) durch Lösen von Bauxit in Schwefelsäure, Verdünnung der Lösung und Oxydation des Eisens mit irgend einem geeigneten Oxydationsmittel. Je nach der Menge des vorhandenen Eisens

wird zu der Lauge noch Bauxit zugesetzt, von Zeit zu Zeit kräftig gerührt, und dann die Flüssigkeit etwa 25 Tage der Ruhe überlassen. Man kann dann kaum noch Spuren Eisen nachweisen. *B.*

Ersparnisse bei der Fabrikation von Chromaten erzielt W. J. A. Donald (Eng. P. 1888 No. 5086) dadurch, dass er ein Abfallproduct vom Aufschliessen des Erzes, welches 60 bis 70 Proc. Kalk und bis zu 5 Proc. Chromoxyd enthält, röstet und statt frischen Kalks neuen Beschickungen zusetzt. *B.*

Elektrolytische Fällung von Quecksilber. — Trennung von Kupfer. F. Smith und L. K. Frankel (J. Frankl. 127 S. 469) beobachteten, dass sich Quecksilber ohne Schwierigkeit elektrolytisch fällen lässt, wenn man dessen Lösungen mit grossem Überschuss an Cyankalium und einen schwachen Strom (0,2 cc Knallgas in der Minute) anwendet. Die Niederschläge waren dicht, von grauer Farbe und zeigten in einigen Fällen Neigung zu der charakteristischen Kugelbildung.

Zum Auswaschen sollte nur Wasser genommen werden. Versuche, mit Alkohol nachzuwaschen, zeigten, dass hierdurch Metall losgelöst und leicht mit fortgeschlämmt wurde. Die Wärme der Hand genügt, den Niederschlag zu trocknen.

Bei Versuchen mit Kupferlösungen (Stromstärke etwa 4 cc Knallgas) wurde die Beobachtung gemacht, dass sich dieses Metall erst nach vollständiger Zersetzung des Cyankaliums niederschlug, und wurde in Folge dieses Verhaltens eine sehr genaue Trennung des Quecksilbers von Kupfer ermöglicht, vorausgesetzt die Menge des Kupfers beträgt nicht mehr als 14 Proc. derjenigen des Quecksilbers.

Dasselbe Verfahren, auf die Trennung von Silber und Kupfer angewandt, ergab trotz mannigfacher Abänderungen der Versuchsbedingungen, durchweg negative Resultate. Verfasser benutzten Julien-Accumulatoren und empfehlen dieselben für elektrolytische Arbeiten wegen des sehr gleichmässigen Stromes. Jede Zelle enthielt 19 Platten, deren jede 15 cm im Quadrat maass.

Die elektrolytische Trennung des Cadmiums von Zink ermöglichten dieselben ebenfalls durch genaue Innehaltung einer gewissen Stromstärke (0,3 cc Knallgas) und durch Anwendung eines Überschusses von Cyankalium in der Lösung beider (auf 1 Zink etwa 20 Cyankalium). Zink verhält

sich dann ähnlich wie Kupfer bei Gegenwart von Quecksilber; es schlägt sich erst nieder, wenn alles Cyankalium zersetzt ist. Die Verfasser wählen daher die Strom- und Lösungsverhältnisse so, dass zur Fällung des Cadmiums 18 Stunden genügen, während die gleichzeitige Zersetzung des Cyankaliums etwa 24 Stunden erfordern würde.

Elektrolyse von Chloralkalien. W. Spilker und C. Löwe (D.R.P. No. 47 592) wollen dadurch fast völlig chlorfreie Ätzalkalien und gleichzeitig das Chlor in verwertbarer Form erhalten, dass in dem durch eine Scheidewand aus porösem Thon von der Anode getrennten Kathodenraum eine den verwendeten Strömungen entsprechende Zunahme des Alkalis stattfindet. Dieses soll dadurch erreicht werden, dass der Inhalt des Anodenraumes durch Calcium- oder Magnesiumhydrat alkalisch gehalten wird.

Das mit Klemme versehene schmiedeeiserne Bad *K* (Fig. 164) dient gleichzeitig

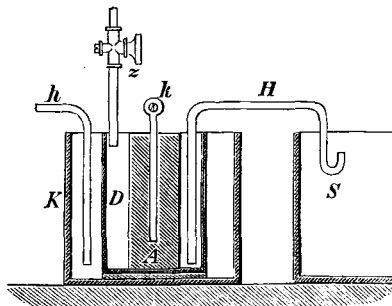
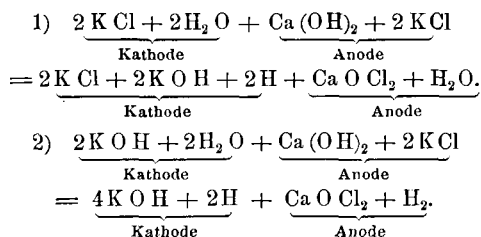


Fig. 164.

als Kathode, in dem porösen Thongefäss *D* steht die Anode *A* aus Kohle. Zur Herstellung von Ätzkali und Kaliumchlorat füllt man *K* mit einer sehr verdünnten Chlorkaliumlösung, Thongefäss *D* mit einer Chlorkaliumlösung, welche mit Kalk gesättigt ist. Schliesst man den Strom und lässt ununterbrochen durch Rohr *z* Chlorkaliumlösung nach *D* fließen, so soll durch Heber *h* ununterbrochen fertige Kalilauge abfließen, während durch Heber *H* die calciumhypochlorit- und chlorealciumhaltige Lauge nach dem mit Kalk gefüllten Behälter *S* übertritt. Hier löscht sich der Kalk in der chlorealciumhaltigen Lauge und wird zu basischem Chlorealcium gelöst. Die Lauge gelangt dann wieder von neuem durch Rohr *z* nach *D*, um sich dort mit Hypochlorit anzureichern, fließt von dort nach *S*, nimmt neue Mengen von Kalk auf u. s. w. Dies wird so lange fortgesetzt, als nur noch ein geringer, für die Stromleitung nothwendiger Rest Chlorkalium in der Lauge vorhanden ist. Je öfter die Lauge kreist, um so mehr

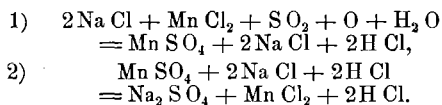
ist sie fähig, neue Mengen von Kalk aufzunehmen, weil sie sich immer mehr mit Chlorkalcium sättigt. Lässt man die Lauge schnell genug durch *D* strömen, so soll keine Spur von Chlorgeruch auftreten.

Bei Anwendung einer Temperatur von etwa 40° entsteht an Stelle des Calciumhypochlorits Calciumchlorat, welches mit dem vorhandenen Chlorkalium sich in Kaliumchlorat und Chlorkalcium umsetzt:



Die Anodenlösung wird, nachdem sie hinreichend chlorkaliumfrei geworden ist, abgedampft und behufs Gewinnung von chloresurem Kalium zur Krystallisation gebracht, während die Kathodenlösung eingedampft und zu festem Ätzkali verschmolzen wird.

Zur Darstellung von Salzsäure leitet die Société Daguin & Cp. (D.R.P. No. 47990) mit 10 Proc. Schwefligsäure gemengte Luft in eine siedende Lösung von Manganchlorür und Kochsalz, welche in 1 cbm 250 k Chlornatrium und 270 k Manganchlorür enthält:



Die Salzsäure soll abdestillirt oder durch Zusatz von Braunstein in Chlor übergeführt werden. — Wie Manganchlorür und Natriumsulfat getrennt werden sollen, wird nicht angegeben.

In derselben Weise sollen Chlorcalcium oder Chlormagnesium verarbeitet werden. Letzteres soll durch Zersetzung von schwefelsaurem Magnesium mit Chlorbaryum hergestellt werden! (Engl. P. 1888 No. 3669.)

Ammoniumnitrat erhält E. Carez (D.R.P. No. 48278) durch Umsetzen von Baryumnitrat und Ammoniumsulfat.

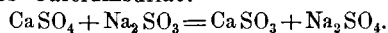
Schwerspath wird, mit Kohle und Harzöl gemischt, geglüht, die Masse mit Wasser ausgelaugt und die ein Gemenge von Schwefelbaryumhydrat und Baryumsulphhydrat in Lösung haltende Lauge mit einer ihrem Baryumgehalt entsprechenden Menge von salpetersaurem Natrium behandelt. Wegen der geringen Löslichkeit und leichten Krystallisirbarkeit des salpetersauren Baryums in der Kälte und der grossen Löslichkeit des

Schwefelnatriums und Natriumhydrats findet Umsetzung in salpetersaures Baryum und Schwefelnatrium statt. Zur Herbeiführung der Umsetzung kocht man die Lauge nach dem Versetzen mit dem salpetersauren Natrium einige Minuten lang und lässt dann abkühlen. Hierbei krystallisirt das gebildete salpetersaure Baryum aus; man trennt die Krystalle von der Mutterlauge, wäscht sie mit wenig kaltem Wasser und krystallisirt sie behufs Reinigung von anhaftendem Schwefelnatrium und Natriumhydrat durch Umkrystallisiren. Vorthellhaft setzt man dabei einige Tropfen verdünnter Salpetersäure zu. Möglichst gute Reinigung von den Bestandtheilen der Mutterlauge ist wesentlich, weil dadurch spätere Einwirkung von Schwefelnatrium und Natriumcarbonat (aus dem Hydrat durch Aufnahme von Kohlensäure aus der Luft entstehend) auf das Baryumnitrat verhütet wird und so letzteres in reichlicherer Menge und grösserer Reinheit erhalten wird.

Da sich Baryumpolysulfuret viel leichter mit Natriumnitrat umsetzt als das einfache Sulfuret, so kocht man die Rohlauge mit gepulvertem Schwefel, so dass eine von Baryumhydrat freie Lösung von Polysulfuret entsteht, welche sich dann glatt mit dem salpetersauren Natrium umsetzt.

Den erhaltenen salpetersauren Baryt lässt man auf schwefelsaures Ammoniak wirken und erhält infolge der stattfindenden Umsetzung einerseits schwefelsauren Baryt, der in den Betrieb zur Erzeugung von Schwefelbaryum zurückkehrt, und in Lösung verbleibendes salpetersaures Ammoniak, welches man durch Auskrystallisiren in fester Form gewinnt.

Die Darstellung von Alkalisulfaten und Calciumsulfat aus Alkalisulfit enthaltenden Fabrikationslauge geschieht nach Angabe der Chemischen Fabrik Grünau, Landshoff & Meyer (D.R.P. No. 48269) mittels Calciumsulfat:



Das 20 bis 30° B. zeigende Filtrat des durch Schwefelsäure aus der Lösung der Natronschmelze ausgefallenen α - oder β -Naphthols wird z. B. in einem mit Rührwerk mit Dampfzutritt versehenen Holzbottich durch Zusatz von Kalkmilch alkalisch gemacht, bis nahe zum Sieden erhitzt und dann unter stetem Rühren und Kochen eine dem vorhandenen neutralen Natriumsulfit entsprechende Menge gefällten schwefelsauren Kalks, der mit Wasser zu einem dünnen Brei angerührt ist, allmählich eingetragen. Durch Probenehmen überzeugt man sich von

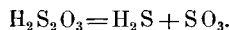
der Entfernung des Natriumsulfits. Man trennt schliesslich den als krystallinischen Niederschlag sich absetzenden schwefligsauren Kalk durch Abgiessen oder Filtration und Auswaschen von der Natriumsulfatlösung, welche entweder direct oder nach gehörigem Eindampfen zur Krystallisation gebracht wird.

Die bakteriologische Untersuchung von Eis vom Milwaukeefluss ergab nach A. J. M. Lasché (Pharm. Rundsch. 1889 S. 160) bis 10695 Microorganismen in 1 cc Eiswasser (vgl. Z. 1888 S. 602).

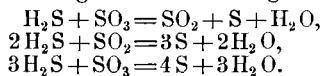
Destillation mit Sonnenwärme. Nach Th. Ziem (D.R.P. No. 47446) wird in heissen Gegenden Wasser in mit geeignetem Glasdach bedeckten Gefässen den Sonnenstrahlen ausgesetzt, das sich auf der Unterseite der Glasscheibe verflüssigte reine Wasser in geeigneter Weise abgeleitet. In entsprechender Weise soll Spiritus destillirt werden.

Kupferoxyd für Elementaranalysen enthält nach M. v. Nencki (Monat. Chem. 1889 S. 233) zuweilen Calciumcarbonat, Bleichromat enthielt 13,3 Proc. Bleioxyd. Beide sollten daher vor ihrer Verwendung geprüft werden.

Verhalten des Natriumthiosulfates gegen Säuren. Nach W. Vaubel (Ber. deutsch. G. 1889 S. 1686) zerfällt die Thioschwefelsäure nach der Gleichung:



Diese Producte setzen sich, wenn sie nicht von Basen gebunden werden, gegenseitig nach folgenden Gleichungen um:



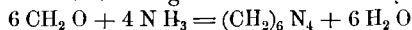
Für Herstellung von Zündhütchen empfiehlt J. Rilke (D.R.P. No. 47626) das Einschliessen des Zündsatzes in eine Zinnschale mit darauf folgendem Einpressen der letzteren in das Zündhütchen, zum Zwecke der vollkommeneren Abdichtung des Zündsatzes durch den an die innere Wandung des Zündhütchens fest anliegenden senkrechten Rand der Zinnschale.

Acetonschwefligsäure erhält P. Bössneck (D.R.P. No. 47093) durch Einleiten von Schwefligsäure in Aceton. Die aus gleichen Moleculen beider Stoffe bestehende Verbindung soll zur Kälteerzeugung dienen.

Organische Verbindungen.

Brasilin. Für Brasilintetramethyläther bestätigen C. Schall und Ch. Dralle (Ber. deutsch. G. 1889 S. 1547) durch Gefrierpunktsniedrigung die Formel $\text{C}_{16}\text{H}_{10}\text{O}(\text{OCH}_3)_4$ und beschreiben verschiedene bromirte Brasileine.

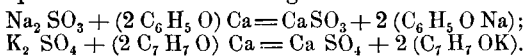
Bestimmung des Formaldehydes. Bei der Verarbeitung des Formaldehydes wurden von G. Lösékann (Ber. deutsch. G. 1889 S. 1565) höhere Ausbeuten erhalten, als nach der Titration nach Legler (das. 16 S. 1333) erwartet werden können, welcher nach der Gleichung



erwartet werden konnten. Lösékann zeigt nun, dass bei der Titration des Formaldehydes nach Legler unter Anwendung von Methylorange oder Cochenille als Indicator das einbasische Hexamethylenamin bei der Berechnung in Rücksicht gezogen werden muss. Wendet man Methylorange an, so muss die Säure bis zum vollkommenen Farbumschlag, der sehr gut zu erkennen ist, zugesetzt werden. Auf 6 CH_2O müssen dann nicht 4 H_3N als verbraucht gerechnet werden, sondern nur 3, da das 1 H_3N als $(\text{CH}_2)_6\text{N}_4$ titrirt wird. Hieraus folgt, dass 4 CH_2O bei der Berechnung 1 H_2SO_4 gleichzusetzen sind.

Trennung naphthalindisulfosaurer Salze. Die Chemische Fabrik Grünau, Landshoff & Meyer (D.R.P. No. 48053) empfiehlt die Trennung der sog. α -Naphthalindisulfosäure aus der nach Ebert & Merz erhaltenen Rohsäure von der sogen. β -Naphthalindisulfosäure und der bei 160° mit 5 Theilen Schwefelsäure aus Naphthalin ausserdem entstehenden Armstrong'schen Disulfosäure in Form der Kalksalze durch Kochsalz.

Die Darstellung der Alkaliverbindungen der Phenole erfolgt nach Angabe derselben Fabrik (D.R.P. No. 48270) entsprechend den Gleichungen:



Neutrale Salze von Sulfosäuren oder Carbonsäuren der Phenole liefern unter gleichen Bedingungen basische Salze.

Man lässt 144 k β -Naphtol, 126 k krystallisirtes schwefligsaures Natron, 80 k gut gelöschten Kalk (etwa 40 Proc. CaO enthaltend) mit 400 l Wasser unter gutem Durchrühren einige Zeit kochen, filtrirt und wäscht den noch etwas Naphtolcalcium enthaltenden schwefligsauren Kalk mit einer verdünnten warmen Lösung von schwefligsaurem Natron aus, die bei der nächsten Operation wieder

Verwendung findet. An Stelle der 126 k Natriumsulfit kann man 175 k krystallisiertes Glaubersalz verwenden oder die ihrem Salzgehalt entsprechende Menge einer Fabrikationslauge, die, bei der Ausfällung des Naphtols mit Schwefelsäure erhalten, Natriumsulfit neben Natriumsulfat enthält.

In ähnlicher Weise erhält man aus der mit Kalk neutralisirten Rohmonosulfosäure von 144 k β -Naphtol mit 230 k krystallisiertem schwefligsauren Natron und 80 k des obigen Kalks in Lösung direct das basische Natronsalz.

300 k Phenol, 140 k gut gelöschter Kalk (etwa 40 Proc. Ca O enthaltend) werden in 2 cbm Wasser unter Umrühren in Lösung gebracht, auf etwa 60° erwärmt und mit einer Lösung von 260 k krystallisiertem Natriumsulfit oder 350 k krystallisiertem Glaubersalz oder 200 k K_2SO_4 gefällt und filtrirt. An Stelle der 300 k Phenol können 320 k Steinkohlentheerkresol verwendet werden.

138 k Salicylsäure, 140 k gelöschter Kalk von oben angeführtem Gehalt, 260 k krystallisiertes Natriumsulfit oder 310 k krystallisiertes Glaubersalz in 500 l Wasser, unter gutem Umrühren zum Kochen gebracht und filtrirt, liefern eine Lösung von basisch salicylsaurem Natron.

Diese alkalischen Lösungen der Phenole werden hergestellt entweder zu dem Zwecke, um die Phenole von nicht in Alkali löslichen Beimengungen zu befreien, wobei die Phenole dann durch Mineralsäuren wieder ausgefällt werden, oder man fällt dieselben in bekannter Weise (Lunge, Steinkohlentheer-Industrie, 3. Aufl. S. 326) mit Kohlensäure, um gleichzeitig Alkalicarbonat und daraus das bei der Herstellung der Phenole verwendete Ätznatron zu gewinnen.

Ebenso kann auch die Überführung von Alkalisulfiten und -Sulfaten in -Carbonate als selbstständiger Process ausgeführt werden, wobei das dazu verwendete Phenol, Kresol, α - oder β -Naphtol immer wiedergewonnen wird.

Oxydationsproducte des Benzoyl-ecgonins und des Ecgonins. Nach C. F. Boehringer & Söhne (D.R.P. No. 48274) gehen die Spaltungsproducte des Cocaïns: Benzoyl-ecgonin und Ecgonin bei der Oxydation mit übermangansaurem Kalium in verdünnter wässriger Lösung in um 1 Kohlenstoffatom und 2 Wasserstoffatome ärmere stickstoffhaltige Säuren über. Die Säure aus Benzoyl-ecgonin, genannt Cocaylbenzoyloxyessigsäure, $C_{15}H_{17}NO_4$, krystallisirt aus Alkohol oder Wasser in Prismen von etwa 230° Schmelzpunkt. Die Säure aus

Ecgonin wird Cocayloxyessigsäure genannt; sie ist nach der Formel $C_8H_{13}NO_3$ zusammengesetzt und bildet weisse Krystalle, die bei etwa 233° schmelzen. Diese Verbindungen, welche zugleich saure und basische Eigenschaften besitzen, bilden Salze und Ester, die zum Theil eigenthümliche physiologische Wirkungen zeigen und zu medicinischen Zwecken verwendet werden sollen.

Farbstoffe.

Darstellung von alkylirten m-Amidophenolen. Zur Herstellung von Monomethyl-m-amidophenol trägt man nach Angaben der Badischen Anilin- und Soda-Fabrik (D.R.P. No. 48151) 10 k Monomethylanilin ein in 20 k rauchende Schwefelsäure von 23 Proc. Anhydridgehalt mit der Vorsicht, dass die Temperatur nicht über 60° steigt, und gibt hierauf ebenfalls unter Abkühlung 30 k Schwefelsäure von 75 Proc. Anhydridgehalt zu. Nun lässt man bei einer Temperatur von etwa 40° stehen, bis sich eine Probe in alkalischem Wasser klar löst, giesst dann in Wasser und verarbeitet in üblicher Weise auf die Natronsalze. 10 k des trocknen Natronsalzes werden mit 25 k Kalihydrat während ungefähr 10 Stunden bei 200 bis 220° unter Luftabschluss verschmolzen, die Schmelze wird in Wasser gelöst, mit Salzsäure angesäuert und filtrirt. Nach dem Übersättigen mit Soda wird das Monomethyl-m-amidophenol mit Äther oder Benzol ausgeschüttelt und hinterbleibt nach dem Abtreiben des Lösungsmittels als ein zähflüssiges Öl, welches sich in kaltem Wasser wenig, in Alkohol, Benzol und Äther sehr leicht, in Ligroin kaum löst. Von Säuren, sowie von kaustischen Alkalien wird es leicht aufgenommen. Mit Essigsäureanhydrid reagirt es unter starker Erhitzung und liefert mit Phtalsäureanhydrid symmetrisches Dimethylrhodamin.

In derselben Weise, wie sich aus monomethylirter Amidobenzolsulfosäure Monomethyl-m-amidophenol darstellen lässt, erhält man Monoäthyl-m-amidophenol aus monoäthylirter Amidobenzolsulfosäure, sei letztere dargestellt durch Äthyliren von metanilsauren Salzen, sei sie durch Sulfoniren des Monoäthylanilins erhalten. In allen Fällen ist die Aufarbeitung dieselbe, wie sie zur Darstellung von Monomethyl-m-amidophenol angegeben ist.

Das durch Destillation gereinigte Monoäthyl-m-amidophenol erstarrt allmählich zu einer hellgelben festen Krystallmasse und lässt sich durch Umkrystallisiren aus einem Gemisch von Benzol und Ligroin in farblosen,

federförmigen Krystallen vom Schmelzpunkt 62° erhalten. In seinen Lösungsverhältnissen, sowie in seinem Verhalten zu Essigsäure bez. zu Phtalsäureanhydrid gleicht es dem Monomethyl-m-amidophenol.

Patent-Anspruch: Verfahren zur Darstellung von Monomethyl- bez. Monoäthyl-m-amidophenol, darin bestehend, dass man in dem Verfahren des Haupt-Patentes (No. 44792), Patent-Anspruch 2., die Dimethyl- bez. Diäthylamidobenzolmonosulfosäure durch die Monomethyl- bez. Monoäthylamidobenzolmonosulfosäure ersetzt und diese monoalkylirten Säuren mit Ätzalkalien bei 200 bis 220° verschmilzt.

Gährungsgewerbe.

Die Verfahren zum Nachweis und zur Bestimmung des Fuselöls in Trinkbranntweinen bespricht C. Windisch (Arbeiten aus dem Kaiserl. Gesundheitsamt B. 5 Heft 2).

Die Geruchsprobe ist zum Nachweis des Fuselöls in vielen Fällen sehr geeignet, und sollte man es daher nie unterlassen, einen Branntwein vor der Untersuchung auf den Geruch zu prüfen. Hierbei verfährt man am Besten so, dass man ein grosses Becherglas mit etwa 5 cc des Branntweins auspült und mehrmals in der Luft umherschwenkt; der Äthylalkohol verdunstet hierbei sehr rasch und der etwaige Fuselgeruch macht sich deutlich bemerkbar. Man kann auch den Branntwein mit Wasser bis auf 10 bis 15 Volumproc. verdünnen und dann mit dem Geruchssinn prüfen. Brauchbar ist auch das Verfahren von Marquardt; man verdünnt 30 bis 40 cc des Branntweins mit Wasser auf 12 bis 15 Proc., schüttelt stark mit 15 cc gereinigten Chloralchloroforms, hebt das Chloroform ab, schüttelt dasselbe mit dem gleichen Raumtheil Wasser, um den von dem Chloroform beim Schütteln aufgenommenen Äthylalkohol zu entfernen, hebt die Chloroformschicht abermals ab und lässt das Chloroform vollständig abdunsten. Den Rückstand des Chloroformauszuges bringt man mit wenig Wasser in einen Reagircylinder, setzt einige Tropfen Schwefelsäure und soviel Kaliumpermanganatlösung hinzu, dass die Mischung nach 24 Stunden noch rothe Färbung zeigt, verkorkt das Gläschen und stellt dasselbe bei Seite. Verschwindet die rothe Farbe früher, so gibt man noch Kaliumpermanganat zu. Nach einander entsteht in dem Gläschen, sofern Amylalkohol vorhanden ist, der Geruch von Valeraldehyd, Baldriansäure-Amylester und zuletzt von Baldriansäure. Der Geruch der letzteren ist so intensiv, dass man noch 0,005 cc Amylalkohol in dieser Weise auffinden kann.

Der Nachweis des Fuselöls durch den Geruch erweist sich indess nur in beschränkter Weise anwendbar; enthält der Branntwein neben Fuselöl auch nur ganz geringe Mengen ätherischer Öle, so wird durch den überaus durchdringenden Geruch der letzteren der Geruch des Fuselöls vollkommen verdeckt; selbst der Baldriansäuregeruch wird bei Anwesenheit von grösseren Mengen ätherischer Öle nicht mehr bemerkbar. Die gleiche Wirkung haben Acetaldehyd, Furfural und einige Fettsäureester. Besonders die Anwesenheit von Amylacetat und Essigäther machen die Geruchsproben unbrauchbar.

Die Farbenreaction mit Schwefelsäure nach Savalle (Z. 1888 S. 583), Ekman u. A. (Jahresb. 1888 S. 1062), welche auch in Spanien eingeführt ist (Z. 1888 S. 28), ist ganz unbrauchbar. Nach Versuchen von Windisch verfällt ein Spiritus mit Amylalkohol erst dann der Beanstandung, wenn er davon 15 Vol.-Proc. enthält, desgleichen ein solcher mit 10 Vol.-Proc. Normalbutylalkohol; die übrigen höheren Alkohole gaben selbst im reinen Zustande keine Reaction, welche zur Verwerfung der Probe führen könnte. Dagegen geben die ätherischen Öle und die Aldehyde in den geringsten Mengen sehr starke Reactionen; so würde z. B. ein Gehalt von 0,01 Vol.-Proc. Acetaldehyd, 0,001 Vol.-Proc. Furfural und von 0,0001 Vol.-Proc. und noch weniger der meisten ätherischen Öle, ferner ein Gehalt von 0,005 g Rohrzucker und 0,05 g Traubenzucker im Liter zur Beanstandung genügen. Ein reiner Alkohol, in dem einen Tag bei gewöhnlicher Temperatur trockenes Buchenholz gelegen hatte, gab eine braune Zone und ein rothbraunes Gemisch; selbst als 1 Raumtheil dieses Alkohols in 100 Th. reinen Alkohols gelöst wurde, zeigte sich eine schwach braune Zone und ein gelbliches Gemisch. Noch stärker tritt die Reaction bei Verwendung von trockenem Eichenholz hervor; 1 cc dieses Spiritus würde noch, in 5 l reinen Alkohols gelöst, zur Beanstandung führen.

Die Prüfung mit Kalilauge (vgl. Z. 1888 S. 28) gibt nur mit Furfural eine Reaction, Fuselöl wird nicht dadurch geändert.

Das Verfahren von Godefroy (Z. 1888 S. 274) ist unbrauchbar, desgl. das Verfahren von Bang, welcher den Spiritus mit Petroläther schüttelt und diesen mit Schwefelsäure prüft. Auch die übrigen Vorschläge erwiesen sich als unzuverlässig.

Böttger (Jahresb. 1873 S. 650) hält eine verdünnte Lösung von Kaliumpermanganat für ein gutes Reagens auf Fuselöl, da der Amylalkohol rasch durch dieselbe unter Entfärbung oxydirt werde. Nach Windisch

wird die Kaliumpermanganatlösung sofort entfärbt beim Zusatz von Propylalkohol, Isopropylalkohol, Acetaldehyd, Paraldehyd, Furfurol und von mehreren ätherischen Ölen; die Entfärbung tritt nach einmaligem, schwachem Umschütteln ein bei Zusatz von Normalbutylalkohol, Acetal und von einzelnen ätherischen Ölen; die rothe Farbe verschwindet nach kräftigem, anhaltendem Schütteln bei Zusatz von Amylalkohol, Isobutylalkohol und erst allmählich der Reihe nach bei Zusatz von Äthylalkohol, Tertiärbutylalkohol und Secundärbutylalkohol. Äthyl- und Amylacetat oxydirt sich überhaupt nicht mit verdünnter Kaliumpermanganatlösung. Die Entfärbung der rothen Lösung geschah unter Braunsteinabscheidung; nur bei den Aldehyden (Acetaldehyd, Paraldehyd, Furfurol) und bei dem Acetal entstand eine klare Lösung, welche bei Furfurol gelb gefärbt, bei den übrigen vollkommen wasserhell war. Somit kann auch Kaliumpermanganat nicht zum Nachweis des Fuselöls dienen.

Nach Windisch macht man am besten zunächst die Geruchsprobe, entweder nach dem Verdünnen des Branntweins mit Wasser auf etwa 10 bis 15 Proc. oder durch Ausspülen eines grossen Becherglases mit 5 cc Branntwein und Umschwenken des Glases. Darauf zieht man den Branntwein in der von Marquardt angegebenen Weise mit Chloroform aus, prüft den Verdunstungsrückstand des Chloroforms abermals auf seinen Geruch und oxydirt ihn nach Marquardt mit Kaliumpermanganat und Schwefelsäure. Sind keine oder nicht allzugrosse Mengen ätherischer Öle vorhanden, so ist der charakteristische Geruch der Baldriansäure ein untrügliches Zeichen der Anwesenheit von Amylalkohol. Mit einem anderen Chloroform-Extractionsrückstand empfiehlt sich dann mitunter noch die Methylviolettprobe von Uffelmann (Jahresb. 1886 S. 839), namentlich wenn durch die Anwesenheit ätherischer Öle die Geruchsprobe ohne Resultat bleibt. Da man meist in den zu untersuchenden Branntweinen bez. Spiritusproben eine quantitative Fuselölbestimmung nach der Röse'schen Methode macht, so kann man gleich die Chloroformschicht aus der Schüttelburette, welche alles Fuselöl enthält, zu diesen Proben benutzen. Zu dem Zwecke trennt man sie von der überstehenden Alkoholschicht, schüttelt die Fuselöl-Chloroformlösung mit Wasser, um den darin enthaltenen Äthylalkohol zu entfernen, und lässt das Chloroform verdunsten; die Verdunstung geht sehr rasch vor sich, wenn man einen ganz schwachen Luftstrom in der Kälte über das Chloroform streichen lässt.

Von den zur quantitativen Bestimmung des Fuselöles vorgeschlagenen Verfahren ist das Verfahren von Ekman und Marquardt (Jahresb. 1882 S. 904) unbrauchbar, wie Windisch durch viele Versuche zeigt. Das Röse'sche Verfahren wurde dadurch verbessert, dass das getheilte Rohr des Herzfeld'schen Apparates (Z. 1888 S. 584) auf 2,1 mm verengt wurde.

Der untere, 20 cc fassende Theil und die Birne am oberen Ende sind unverändert geblieben, nur letztere soweit vergrößert, dass sie 180 bis 200 cc fasst, die ganze Flüssigkeit (20 cc Chloroform, 100 cc Alkohol und 1 cc Schwefelsäure) also bequem aufzunehmen vermag und ein kräftiges Schütteln zulässt. Die getheilte Röhre hat einen Radius von 2,1 mm und fasst 2,5 cc; dieselbe ist in 0,02 cc eingetheilt. Am untersten Theilstrich steht die Zahl 20; bei 20,1, 20,3 u. s. f., also bei den ungeraden Zehntelcubikcentimetern, ist ein grösserer Strich, bei 20,2, 20,4 u. s. f., also bei den geraden Zehntelcubikcentimetern, steht die betreffende Zahl.

Die ganze Röhre von 2,5 cc Inhalt hat eine Länge von 18 cm; 1 cc hat daher eine Längenausdehnung von 7,2 cm, 0,02 cc eine solche von 1,45 mm. Je zwei Theil-

striche, welche ein Volum von 0,02 cc abgrenzen, haben also eine Entfernung von 1,45 mm. Bei diesem Apparat ist demnach das sichere Ablesen von 0,01 cc erreicht. Die Längenausdehnung von 0,02 cc in diesem Apparat

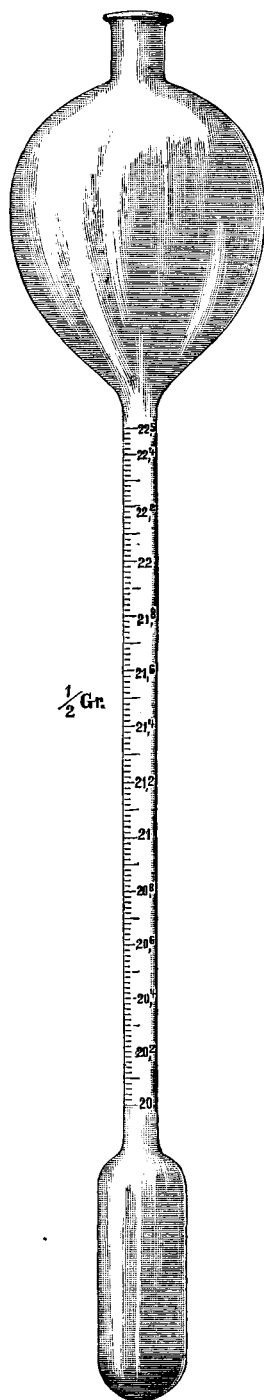


Fig. 165.

ist um 0,2 mm grösser als die Länge von 0,05 cc in dem alten. Ein Ablesefehler von 0,005 cc dürfte kaum vorkommen.

Die Röhre fasst nur 2,5 cc; hätte dieselbe ein Volum von 6 cc, so wäre sie 43,2 cm lang geworden. Der Inhalt von 6 cc bei der Herzfeld'schen Schüttelburette ist indess vollständig zwecklos, und das Volum von 2,5 cc genügt vollständig, wie sich aus dem Folgenden ergibt. Nehmen wir als Basis der Steighöhen 21,70, also eine nicht zu niedrig gegriffene, so verbleiben in der Röhre noch $22,50 - 21,70 = 0,8$ cc. Diese zeigen $2 : 3 \cdot 0,8 = 0,533$ Vol. - Proc. Fuselöl im 30proc. Alkohol, oder 1,778 Vol. - Proc. Fuselöl, auf 100proc. Alkohol berechnet, an. Ein solcher Fuselgehalt kommt aber erfahrungsgemäss fast gar nicht vor. Sollte ein Spiritus eine Steighöhe geben, die über den obersten Theilstrich (22,5 cc) hinausgeht, so enthält derselbe mehr als 1,8 Vol. - Proc. Fuselöl in 100proc. Alkohol; in diesem seltenen Falle wird man, wenn es überhaupt noch interessirt, den Fuselgehalt genau zu bestimmen, die Herzfeld'sche Burette benutzen, in allen übrigen Fällen reicht die neue Burette vollkommen aus.

Die Arbeitsweise ist genau dieselbe, wie bei dem alten Apparat; das Chloroform setzt sich sehr rasch ab, da dafür gesorgt ist, dass sowohl die obere Birne wie der untere Ansatz recht allmählich in die Röhre verlaufen. Das Ablesen kann sehr genau und scharf vorgenommen werden.

Zur Prüfung von Spiritus empfiehlt P. Cazeneuve (Bull. chim. III, 1 S. 700) eine 0,1proc. Lösung von Kaliumpermanganat; 10 cc eines reinen Spiritus sollen mit 1 cc dieser Lösung versetzt noch nach 5 Minuten gelblich gefärbt sein. Geringe Mengen von Aldehyd (vgl. Z. 1888 S. 85), Aceton und Furfurol werden durch raschere Reduction erkannt. (Das Verfahren ist keineswegs neu, vgl. Z. 1887 Bd. 1 S. 111 — zudem unbrauchbar; vgl. S. 426.)

Zum Nachweis von Furfurol in Spiritus empfiehlt L. v. Udransky (Z. physiol. Ch. 12 S. 355) die Färbung mit Schwefelsäure und etwas α -Naphthol.

Nach weiteren Mittheilungen desselben (das. 13 S. 248) kann man mit α -Naphthol und Schwefelsäure selbst in den besten Amylalkoholen des Handels Furfurol nachweisen. Furfurolfreien Amylalkohol erhält man nur durch Verseifung von amylschwefelsaurem Kalium. Das im Handel vorkommende amylschwefelsaure Salz enthält ebenfalls Furfurol; erst durch Auflösen mit wenig

warmem reinen Alkohol, Füllen mit reinem Äther und mehrmaliges Umkrystallisiren erhält man reines amylschwefelsaures Kalium. Dasselbe wird mit 10proc. Schwefelsäure 5 Stunden im Dampfbade erhitzt, wobei die letzten Spuren von Furfurol zerstört werden, so dass völlig reiner Amylalkohol erhalten wird.

Während der käufliche Amylalkohol mit Wasser geschüttelt eine starke Trübung zeigt, welche erst allmählich schwindet, erleidet der gereinigte Amylalkohol nur eine vorübergehende Trübung beim Schütteln mit Wasser und trennt sich schnell von diesem. Der widrige, die Schleimhäute der Athmungsorgane stark reizende Geruch des käuflichen Amylalkohols ist bei dem gereinigten in viel abgeschwächterem Masse vorhanden. Wenn man den gewöhnlichen Amylalkohol mit kalter concentrirter oder mit heisser verdünnter Natronlauge schüttelt, so färbt sich das Gemisch alsbald citronen- bis schwach orange gelb, und es geht nach kurzem Stehen ein beträchtlicher Theil des gebildeten Farbstoffes in den Amylalkohol über. Dagegen kann man den furfurolfreien Alkohol mit concentrirter Natronlauge anhaltend kochen, ohne dass sich die geringste Spur einer Verfärbung zeigt. Während der gewöhnliche Amylalkohol mit 5 bis 10 Proc. Salzsäure versetzt und am Sonnenlicht stehen gelassen sich allmählich gelb, nach einigen Tagen aber braun färbt und beim Erhitzen in sehr kurzer Zeit diese Dunkelfärbung erfährt, kann man den gereinigten furfurolfreien Amylalkohol selbst mit 25 bis 30 Proc. concentrirter Salzsäure Tage lang stehen lassen, ohne dass sich jedwede Spur einer Verfärbung bemerken liesse. Kocht man den furfurolfreien Amylalkohol mehrere Stunden hindurch mit der genannten Menge Salzsäure, so zeigt er auch nur eine ganz schwach gelbe Färbung.

Wenn man im Reagensglas unter den käuflichen Amylalkohol etwa das halbe Volum concentrirte Schwefelsäure schichtet, so entsteht an der Berührungsfläche der Flüssigkeiten ein ziegelrother, sehr bald in Roth und Violettbraun übergehender Farbenring. Vermischt man die Flüssigkeiten, so entsteht eine tief ziegelrothe Färbung, welche nach kurzer Zeit in eine bräunlich-violette Färbung übergeht. Der furfurolfreie Amylalkohol zeigt dagegen über concentrirte Schwefelsäure geschichtet gar keine Farbenerscheinungen. Vermischt man ihn mit dem gleichen Volumen concentrirter Schwefelsäure, so entsteht nur eine schwach bernsteingelbe Färbung, welche selbst nach langem Stehen nicht stärker wird. Ebenso bekommt diese

Gelbfärbung nur einen ganz schwachen Stich ins Rothe, wenn man ein Gemisch von 2 Th. furfurolfreiem Amylalkohol und 1 Th. concentrirter Schwefelsäure im Dampfbad erhitzt. Wird dagegen der käufliche Amylalkohol einer solchen Behandlung unterworfen, so färbt er sich alsbald roth, violett, schliesslich schwarzbraun.

Furfurol muss daher als jene Verunreinigung des käuflichen Amylalkohols angesehen werden, welche die Verfärbung und Verharzung hauptsächlich, ja vielleicht allein veranlasst. Als der gereinigte furfurolfreie Amylalkohol mit 0,15 Proc. Furfurol versetzt wurde, zeigte er dieselben Farbenercheinungen bei der Behandlung mit Natronlauge, Salzsäure und Schwefelsäure, wie der käufliche Amylalkohol.

Giesst man zu einer Lösung von einigen Tropfen furfurolfreien Amylalkohols und 2 Tropfen 0,5 proc. Furfurolwassers in 1 cc reinem Äthylalkohol etwa 2 cc concentrirte Schwefelsäure, so entsteht an der Berührungsfäche der Flüssigkeiten ein lebhaft indigrother Farbenring, welcher erst allmählich violettfarben wird. Neben diesem rothen, bez. blauen Farbenton ist auch noch ein brauner bei der Reaction zu bemerken, welcher aber um so schwächer ist, je vorsichtiger die Reaction ausgeführt wird. Im Spectroskop zeigt diese Rothfärbung eine kräftige Absorption, welche zwischen E und b beginnt und bis F oder noch etwas darüber hinausreicht. Diese Furfurolreaction des Amylalkohols ist sehr beständig; die Violettfärbung und die Spectralerscheinungen bei den Furfurolreactionen des Amylalkohols sind noch nach Wochen ganz rein und scharf zu erkennen.

Die meisten Rohsprite zeigen schon direct bei der Behandlung mit concentrirter Schwefelsäure eine Verfärbung, in welcher der violette Farbenton vorherrscht, und welche bei der Spectralanalyse auch den Absorptionsstreifen von der Furfurolreaction des Amylalkohols erkennen lässt. Das im Rohsprit, eigentlich in der fuseligen Beimengung desselben, enthaltene Furfurol genügt oft allein zur Hervorrufung einer schönen Furfurolreaction des gleichzeitig vorhandenen Alkohols. Die Farben sind aber nicht immer rein und meistens sehr dunkel. Diese Schwierigkeit wird beseitigt, wenn man den Weingeist mit reinem Äthylalkohol verdünnt und dann entsprechend der Verdünnung Furfurolwasser zusetzt. Dabei verschwindet der die Furfurolreaction des Amylalkohols störende Einfluss anderer Bestandtheile des Rohsprits. Auf diese Weise gelingt es, einen Gehalt an Amylalkohol von 1 : 10000 mit Sicherheit zu erkennen. Bei

dieser Verdünnung ist die Färbung aber schon so schwach, dass die Untersuchung mit dem Spectroskop negativ ausfällt. Die Grenze für die spectroscopische Untersuchung liegt bei einer Verdünnung von 1 : 4000 bis 1 : 5000.

Die Prüfung des Weingeistes auf Fuselöl geschieht am besten in folgender Art: Zu 5 cc des mit 2 Tropfen eines 0,5 proc. Furfurolwassers versetzten Weingeistes lässt man 5 cc concentrirte Schwefelsäure zufließen, indem man durch Abkühlung eine Steigerung der Temperatur des Reaktionsgemisches auf über 60° verhindert. Bei Gegenwart von Fuselöl entsteht an der Berührungsfäche der Flüssigkeiten ein rother, allmählich in Violett übergehender Farbenring, welcher nach unten und nach oben durch einen bräunlichen Schein begrenzt ist. Enthält der zu prüfende Weingeist viel Fusel, so ist die Rothfärbung gleich so stark, dass auch die Spectraluntersuchung vorgenommen werden kann; ist der Farbenring aber schwach, so lässt man am besten die Probe $\frac{1}{2}$ Stunde stehen und befördert durch Schwenken des Gefässes, bei gleichzeitigem Abkühlen, das Vermischen der Flüssigkeiten. Als charakteristisch für den Amylalkohol bez. Fuselgehalt des Weingeistes gelten nur die in Violett übergehende Rothfärbung und bei der spectroscopischen Untersuchung die zur Zeit der Rothfärbung entstehende kräftige, etwas undeutlich begrenzte Absorption, welche zwischen E und b beginnt und bis F oder noch etwas darüber hinausreicht. Der Streifen wird schmaler und schärfer, sobald die Farbe der Flüssigkeit ins Violette überzugehen beginnt, und er rückt zugleich in vielen Fällen parallel mit der Intensitätszunahme der Violettfärbung gegen den linken Rand des Spectrums zu; doch erfolgt diese Wanderung nicht in jedem Falle und nur sehr allmählich; zuweilen dauert es mehrere Tage, bis die Verschiebung des Streifens bemerklich wird. Bei einem Weingeist, welcher unmittelbar nur eine sehr schwache Färbung zeigt, gelingt es, die Probe in ausreichender Schärfe zu erhalten, wenn man ihn durch Verdunstung bei 60° auf etwa $\frac{1}{10}$ seines Volumens concentrirt.

In Holzgefässen aufbewahrter Sprit nimmt aus dem Holze Stoffe auf, welche mit Furfurol ebenfalls eine Reaction geben, doch hat dieselbe eine von der des Amylalkohols abweichende Farbe und zeigt noch keine Spectralerscheinung.

Um den Fuselgehalt eines Weingeistes annähernd abzuschätzen, verdünnt man den fraglichen Weingeist mit reinem Aethyl-

alkohol, so dass die Grenze für das Auftreten der Spectralerscheinungen und weiterhin diejenige für die Erkennbarkeit der Färbung erreicht wird.

Pyridingehalt von Amylalkohol wurde von A. v. Asboth (Chemzg. 1889 S. 871) beobachtet. Er meint, das Pyridin werde bei der Destillation der Maische über freiem Feuer gebildet. Löst man in pyridinhaltigem Amylalkohol Pikrinsäure auf, so scheidet sich gelbes Pyridinpikrat aus.

Berechnung des ursprünglichen Extractgehaltes. Nach G. Holzner (Z. ges. Brauw. 1889 S. 277) bezeichnet in der von Balling abgeleiteten Formel zur Berechnung des Extractgehaltes der angestellten Würze nach den Hauptbestandtheilen der gegohrenen Flüssigkeit:

$$e = \frac{\varepsilon + 2,0665 A}{1 + 0,010665 A}$$

e den ursprünglichen Extractgehalt in Gewichtsprocenten, ε den wahren Extractrest des Bieres (ohne Kohlensäure), A die Alkoholgewichtsprocente. Häufig wird die abgekürzte Formel

$$e = \varepsilon + 2A$$

verwendet. Bezeichnet aber x die Grösse des dadurch gemachten Fehlers, so ist

$$(\varepsilon + 2A) - x = \frac{\varepsilon + 2,0665 A}{1 + 0,010665 A}$$

$$x = (\varepsilon + 2A) \left(\frac{1}{1 + 94 : A} \right) - \left(\frac{1}{0,16 + 15 : A} \right)$$

Es ergibt sich hieraus, dass man bei Lagerbieren einen ziemlich genauen Näherungswerth erhält, wenn man $x = 0,3$ oder $e = \varepsilon + 2A - 0,3$ setzt. Ist z. B. $\varepsilon = 6,4$ Proc. und $A = 3,7$ Proc., so ist $e = 6,4 + 7,4 - 0,3 = 13,5$ Proc. Ferner ergibt sich als Mittelwerth für 12proc. Winterbiere $x = 0,2$ und $x = 0,11$ für 10proc. Winterbiere, $x = 45$ für 16proc. Exportbiere.

Nahrungs- und Genussmittel.

Pfefferfälschung. H. Unger (Pharmzg. 1889 S. 348) glaubt, dass Furfurol die Ursache der Violettfärbung der Paradieskörner mit Schwefelsäure ist. Paradieskörner geben mit Wasser ausgekocht 3,90 Proc. schwach aber angenehm nach Malz riechenden Extract ab. Dem Rückstande entzieht Weingeist 5,10 Proc. eines sehr scharfen, kratzenden Extracts. Beim Kochen mit verdünnter Schwefelsäure bleibt das scharfe Harz zurück, während das Filtrat Fehling'sche Lösung reducirt.

Volumetrische Fettbestimmung in Milch. G. E. Patrick (Chem. N. 60 S. 5) bringt alle festen Bestandtheile ausser Fett in Lösung. Hierzu dient eine Mischung von starker Essigsäure, Schwefelsäure und Salzsäure im Verhältnisse 9:5:2 dem Volumen nach. Die Salzsäure wird erst zugemischt, nachdem das Essig-Schwefel-Säure-Gemisch abgekühlt ist. Sollte die Lösung der festen Milchbestandtheile nicht ganz klar werden, so vergrössert man den Essigsäurezusatz.

Der verwendete Apparat besteht aus einer 30 cm langen Glasröhre, welche sich auf ein 7 bis 8 cm langes Stück in der mittleren Höhe 17 mm weit ist. Der erwähnte mittlere Theil ist auf eine Weite von 5 mm reducirt. Der untere Theil hält 21 bis 22 cc und sollte der Stand der Mischung 2 cm über dem engen Theile der Röhre sein.

Durch eine seitliche Durchbohrung im unteren Theile der Röhre, welche durch ein Gummiband (Schlauchstück) geschlossen und mittels einer Stecknadel, (als Heber) geöffnet werden kann, wird nach erfolgter Trennung des Fettes von der Lösung so viel von letzterer abgelassen, dass ersteres in dem engen Theile der Röhre steht. Dieser ist graduirt und entspricht jeder Theilstrich 0,025 cc. Nimmt man mit dem Verfasser 10,8 cc Milch zur Untersuchung, so entspricht jeder Theilstrich 0,2 Proc. Fett.

Vor der Füllung der Röhre bringt man in dieselbe zwei Stückchen Bimstein, welche durch einen Platindraht zusammengehalten werden. Am besten geschieht dieses bei Herstellung der Röhre, indem man die Stückchen in den unteren Theil derselben einschliesst. G. C. Caldwell empfahl diese Einrichtung zur Erreichung ruhigen Siedens.

Zu obiger Menge Milch gibt Patrick etwa 15 cc Lösungsmittel und erhält die Mischung in dem Rohre auf einem Sandbade 10 Minuten lang in lebhaftem und weitere 10 Minuten in schwachem Sieden. Durch passende Bewegung der Röhre, welche man sich durch einige Erfahrung einübt, bringt man das Fett in einer zusammenhängenden Schicht oben zusammen. Sobald diese vollständig klar erscheint, wird das Rohr in Wasser auf 15° abgekühlt und so viel Flüssigkeit abgelassen, bis sich die ganze Fettschicht in dem engeren Theile der Röhre befindet. In dem oberen Theile hängengebliebene Fetttheile werden durch Äther und Erwärmen ebenfalls nach der Mitte gebracht und dort abgelesen.

B.

Butteranalyse. H. Dr. Richmond (Anal. 1889 S. 112) empfiehlt zum Aufbewahren und Abmessen der bei Reichert's Verfahren zum Verseifen des Butterfettes dienenden 50proc. Natronlauge eine Flasche, durch deren Gummistöpsel zwei Glasrohre gehen. Eins derselben trägt einen Blaseball; das andere, längere Rohr ist ausserhalb der Flasche nach abwärts umgebogen, in eine Pipette eingesmolzen und endigt in der Höhe eines Theilstriches, bis zu welchem die Pipette 1 cc fasst. Dieselbe ist ausserdem mit einem seitlichen Rohr und Glashahn versehen. Die Ausflussöffnung der Pipette kann durch eine Gummi- oder Glaskapsel verschlossen werden. Drückt man den Ball während der Hahn geöffnet und die Kapsel aufgesteckt ist, so steigt die Flüssigkeit in die Pipette über, und wird jeder Überschuss über 1 cc durch das Steigrohr wieder in die Flasche zurückfliessen, sobald der Druck auf den Ball nachlässt. Man schliesst dann den Hahn, entfernt die Kapsel, stellt ein Gefäss unter die Pipette und öffnet dann den Hahn wieder, um die Lauge abzulassen.

B.

Colorimetrische Bestimmung von Nitraten in Trinkwasser. Dem Verfahren von S. C. Hooker (J. Frankl. 127 S. 459) liegt die von Graebe und Glaser vor 15 Jahren entdeckte Farbenreaction mit Carbazol zu Grunde. Die erforderlichen Reagentien sind:

1. Schwefelsäure, frei von allen Oxyden des Stickstoffs und von 1,84 sp. G. Mit Carbazol geprüft darf dieselbe nur eine gelbe oder braune Färbung geben.

2. Carbazollösung in Essigsäure. 0,6 g Carbazol werden unter mässigem Erwärmen in 90 cc Essigsäure (99 bis 100 proc.) gelöst und nach dem Erkalten durch weiteren Zusatz von Essigsäure auf 100 cc aufgefüllt. Diese Lösung hält sich sehr gut und wird lediglich zur schnellen Herstellung des folgenden Reagenzes vorrätig gehalten, da sich dieses nur kurze Zeit aufbewahren lässt.

3. Carbazollösung in Schwefelsäure, wird hergestellt durch schnellen Zusatz von 15 cc Schwefelsäure (No. 1) zu 1 cc Lösung No. 2. Man lässt das Gemisch $1\frac{1}{2}$ bis 2 Stunden stehen; es ist jedoch höchstens 6 Stunden zum Gebrauche geeignet.

4. Salpeter-Normallösungen. Man stellt sich eine grössere Menge einer Lösung her, welche in 1 cc = 0,01 mg Stickstoff = 0,045 mg Salpetersäure enthält. Hieraus kann man sich leicht die zu dem Verfahren nöthigen schwächeren Lösungen herstellen, indem jeder Cubikcentimeter derselben, auf 100 cc verdünnt, einer Menge von 0,01 Stickstoff in 100 000 entspricht. Für die meisten Fälle genügt es, Lösungen von 0,03 bis 0,39 Stickstoff, welche von einander um 0,02 Stickstoff verschieden sind, herzustellen. Auch ist es rathsam, die zuerst genannte Salpeterlösung (b) aus einer stärkeren (a),

0,1 mg Stickstoff in 1 cc, zu bereiten, indem man 100 cc derselben zum Liter verdünnt.

5. Aluminiumsulfatlösung, etwa 5 g im Liter, frei von Chlor und Eisen, auch ohne Reaction auf Carbazollösung.

6. Silbersulfat-Normallösung zum Ausfällen des Chlors aus dem zu untersuchenden Wasser (4,3943 g im Liter); sie muss frei von Stickstoffoxyden und andern auf Carbazol wirkenden Stoffen sein.

Wenn das Wasser frei von Stoffen ist, welche das Resultat beeinflussen können, ist der Gang der Verfahrens folgender: 2 cc Wasser werden in ein Proberöhrchen gebracht, 4 cc Schwefelsäure zugesetzt und beides mit einem Glasstabe gut gemischt. Nach dem Abkühlen wird 1 cc Carbazol-Schwefelsäure-Lösung in gleicher Weise hinzugemischt. Mit einiger Erfahrung kann man aus der Farbenstärke annähernd auf den Gehalt an Stickstoff schliessen, und gesetzt, man hätte denselben auf etwa 0,15 auf 100 000 geschätzt, so wiederholt man dieselben Proben mit Salpeterlösungen von 0,11, 0,15 und 0,19 Stickstoff in 100 000. Zwei bis drei Minuten nach Zusatz des Carbazols vergleicht man mit der Wasserprobe. Stimmt die Farbe dieser mit einer der Salpeterproben überein, so ist damit der Stickstoffgehalt des Wassers ermittelt. Ist die Färbung stärker oder schwächer als diejenigen der drei Proben, oder liegt sie zwischen denselben, so werden neue Vergleiche nöthig, erforderlichenfalls mit Proben, welche in ihrem Stickstoffgehalte weniger verschieden sind. Bei den Versuchen wurden Proberöhren von 125 mm Länge und 15 mm Weite benutzt.

Die Farbenunterschiede sind deutlich genug, so dass man die Vergleiche, in wagrechter Richtung durch die Röhrchen hindurchsehend, anstellen kann. Unterschiede, welche nur beim Hindurchsehen in lothrechter Richtung zu unterscheiden sind, können unberücksichtigt bleiben.

Wenn man den Stickstoffgehalt in Lösungen von Nitriten nach diesem Verfahren bestimmt, so wird derselbe, wie zahlreiche Versuche ergeben haben, durchschnittlich um 20 Proc. zu hoch gefunden, und hat man von dem Resultate $\frac{1}{5}$ abzuziehen. Bei gleichzeitiger Gegenwart von Nitriten und Nitraten ist, wenn sehr grosse Genauigkeit verlangt wird, eine Bestimmung des Nitrites erforderlich.

Bei Gegenwart von Eisen wird die Menge der Nitrate meist überschätzt. Beträgt die Menge desselben jedoch nicht über 0,1 Eisen in 100 000 Wasser, wird der Fehler nicht grösser als 0,01 in 100 000 sein. Ist das Eisen jedoch in grösseren

Mengen vorhanden, so verdampft man eine abgemessene Menge Wasser nach Zusatz von etwas Alkali zur Trockne, löst den Rückstand und bringt die Lösung auf das vorherige Volumen. Das Eisen bleibt im unlöslichen Rückstande.

Chloride erhöhen die Wirkung der Nitate auf Carbazol, und bilden daher eine nicht zu unterschätzende Fehlerquelle. Nach Bestimmung des Chlors wird dasselbe mit der erforderlichen Menge Normal-Silbersulfatlösung ausgefällt. Ein Kolben mit 100 cc- und 110 cc-Markierung wird mit dem zu prüfenden Wasser bis 100 cc gefüllt. Nun wird die berechnete Menge Silberlösung, darauf werden 2 cc der Aluminiumsulfatlösung zugesetzt und schliesslich füllt man auf 110 cc mit destillirtem Wasser auf. Der Zusatz des Aluminiumsulfats und der damit in fast allen Trinkwassern hervorgerufene Niederschlag von Thonerde hat den Zweck, das Chlorsilber vollständig niederzureissen. In der filtrirten Lösung kann man dann ohne Gefahr die Stickstoffbestimmung ausführen. B.

Faserstoffe, Färberei.

Schwarze Flecke auf Zellstoff, welcher mit Calciumbisulfat hergestellt war, bestanden nach W. Herzberg (M. Vers. Berlin 1889 S. 62) aus Pilzwucherungen. Der Holzstoff enthielt Calciummonosulfat, dessen Entfernung möglichst anzustreben ist.

Schlecht riechendes Papier. A. Schlumberger (Papierzg. 1889 S. 883) bespricht den schlechten Geruch des Papiers der Revue des deux Mondes. Die Red. der Papierzg. (das. S. 1202) hat dasselbe untersuchen lassen; es besteht aus etwa 50 Proc. Holzschliff, 25 Proc. Stroh-Zellstoff, 15 Proc. Baumwolle und etwa 10 Proc. sog. Sulfistoff. Bei dem hohen Gehalt an Holzschliff konnten die bei den Schlumberger'schen Versuchen angewandten Reagentien keine beweisenden Ergebnisse liefern. Es ist kaum denkbar, dass sich in dem Papier noch Schwefigsäure in irgendwelcher Form befand, da der Papierstoff nachträglich mit Chlor behandelt wurde, und dabei die Schwefigsäure zu Schwefelsäure oxydirt werden musste, die dann als fein vertheilter schwefelsaurer Kalk im Papier blieb.

Man weiss, dass ungenügend gekochter Sulfistoff, der noch viele Inkrusten und Proteinstoffe enthält, die Bildung von Pilzen auf dem Stoff oder Papier hervorruft. Diese Pilze haben die Eigenschaft, dass sie vor-

handenen fein vertheilten Gyps zersetzen, und dass solche Zersetzung den übeln Geruch von Schwefelwasserstoff veranlassen kann. Es ist deshalb wahrscheinlich, dass der schlechte Geruch des Papiers der Revue des deux Mondes der Verwendung von ungenügend aufgeschlossenem und ebenso ungenügend ausgewaschenem Sulfistoff zuzuschreiben ist.

Pergamentpapier. Nach Ch. E. Guignet (Compt. r. 108 S. 1258) besteht mit Salzsäure und Fluorwasserstoffsäure gewaschenes Filtrirpapier aus fast reinem Zellstoff. Wird dasselbe mit Schwefelsäure von 50° getränkt, so bildet es einen durchsichtigen Gallert; nach völligem Auswaschen ist diese colloidale Cellulose in Wasser löslich, wird aber durch Zusatz geringer Mengen Säuren oder Salze wieder gefällt. Wird dieselbe getrocknet und in Schwefelsäure von 60° getaucht, so wird sie unlöslich.

Daraus erklärt sich, dass dünnes Pergamentpapier an siedendes Wasser zuweilen colloidale Cellulose abgibt, dickeres Pergamentpapier aber nicht, weil dieses mit concentrirter Säure hergestellt ist. Pergamentpapier gleicht gewöhnlichem Papier, dessen Poren mit colloidaler Cellulose gefüllt sind.

Resinatfarben. A. Müller-Jacobs (Dingl. 273 S. 139) kocht 100 Th. Colophonium mit 10 Th. Natron (96proc.), 33 Th. kryst. Soda und 1000 Th. Wasser eine Stunde lang, setzt dann 1000 Th. kaltes Wasser zu, so dass die Temperatur der Lösung auf 50° kommt. Dieser Seife wird nun die filtrirte Lösung eines basischen Anilinfarbstoffes, z. B. von Fuchsin, Methylviolett, Brillantgrün, Safranin, Chrysoïdin, Auramin, Methylenblau, Rhodamin u. s. w., und zwar je nach der gewünschten Farbstärke 5 bis 15 Proc. vom Gewichte des angewandten Harzes zugegeben.

Bei niedrigerer Temperatur und zu hoher Concentration der Seifenlösung scheiden sich die betreffenden Farbbasen als harzige Abietate (Resinate) aus, was zu verhüten ist.

Die so dargestellte alkalische Farbmischung wird nun allmählich unter Umrühren mit verdünnten wässrigen Lösungen eines Metallsalzes versetzt, bis vollständige Fällung eingetreten ist, was leicht durch Eintauchen eines Streifens Filtrirpapier in die Flüssigkeit erkannt wird. Ein geringer Überschuss an Metallsalz erleichtert das nachträgliche Filtriren und Auswaschen. — Bei der Fällung z. B. mit Zink verwendet man für 100 Th. Harz etwa 55 Th. Zinksulfat, gelöst in 1000 Th. Wasser. Der

Niederschlag wird abgepresst und bei niedriger Temperatur getrocknet.

Die so erhaltenen Resinatfarben sind unlöslich in Wasser, mehr oder weniger löslich in Alkohol, sehr leicht löslich, in Benzol, Äther und Chloroform, in Terpentinöl, Wachs, Stearinsäure, Leinölfirniss u. s. w.

Empfehlenswerth ist z. B. eine Lösung von 30 Th. Magnesiumresinatfarbe in 80 Th. Benzol und 20 Th. Chloroform, gemischt mit 150 Th. einer $1\frac{1}{2}$ proc. Lösung von Kautschuk in Schwefelkohlenstoff.

Derartige Firnisse eignen sich vortrefflich zur Verzierung glänzender Metalloberflächen, von Holz, Papier, Leder, Glas u. s. w. In vielen Fällen, namentlich für Holzanstriche, sind die schon an sich gefärbten Metallresinate des Eisens, Chroms, Kupfers, Mangans u. s. w. in Verbindung mit Bismarkbraun oder anderen Farbstoffen vorzuziehen, einerseits aus Billigkeitsrücksichten, andererseits um dadurch die Lichtechtheit zu erhöhen. Sehr hübsche dunkelbraune bis schwarze Färbungen werden durch geeignete Mischungen von Resinatfuchsin, -grün oder -blau, -chrysoidin oder -auramin erhalten und eignen sich zu gewöhnlicher Drucker- und Lithographentinte, zu Schnellwischse u. s. w.

Mit den verdünnten benzolischen Lösungen der Resinatfarben lassen sich ferner Gewebstoffe, einzeln oder gemischt, in einem Bade färben — leider nur für helle, zarte Töne — und dieses Verfahren wird für Seide, Seidenbänder und Satin, sowie für Kunstblumen, die nicht abfärben dürfen, in New-York bereits im Grossen, sowie in der Hausindustrie — zum Umfärben — umfangreich benutzt.

Weiterhin lassen sich diese Stoffe zum Färben und Drucken von Kautschuk und Kautschukwaaren, von Celluloid, von Wachs- und Linoleumteppichen benutzen, ebenso zum Färben von Bleiweiss, Zinkweiss, Zinksulfid, Schwerspath, Kreide u. s. w.

Im ungetrockneten, pasteförmig-amorphen Zustand eignen sie sich zur Fabrikation von Farbstiften, mit Thragant, Gummi, Stärke oder Albumin versetzt für den Tapeten- und Druck u. s. w., wobei gleichzeitig erwähnenswerth erscheint, dass dieselben durch Einwirkung der Dämpfe ihrer Lösungsmittel in den gelösten, transparenten Zustand übergehen, in welchem sie sich auf jeder Fläche firnissartig befestigen.

Fettindustrie, Leder u. dgl.

Nichttrocknende Öle. Nach K. Hazura und A. Grüssner (Monat. Chem. 1889 S. 244) entstehen bei der Oxydation alkali-

scher Lösungen der ungesättigten Fettsäuren des Erdnussöles Sativinsäure, Dioxystearinsäure, wahrscheinlich auch Dioxypalmitinsäure. Die ungesättigten Fettsäuren des Erdnussöles bestehen demnach aus Linolsäure, Ölsäure und wahrscheinlich Hypogä-säure.

Mandelöl und Sesamöl enthalten neben dem Glycerid der Ölsäure noch das Glycerid der Linolsäure. (Vgl. S. 352 d. Z.)

Die festen Fette des Thier- und Pflanzenreiches untersuchten R. Benedikt und K. Hazura (Monat. Chem. 1889 S. 353). Darnach enthalten Palmöl und Cacaobutter Linolsäure, geben dementsprechend bei der Oxydation mit Kaliumpermanganat Sativinsäure, während die flüssigen Fettsäuren von Rindertalg und Schweinefett keine Sativinsäure liefern.

Um festzustellen, ob technische Ölsäure aus Palmöl oder Talg hergestellt ist, genügt daher die Oxydation einer Probe; die Bildung von Sativinsäure deutet auf Palmöl.

Zur Prüfung der Maschinenschmieröle empfiehlt O. Bach (Chemzg. 1889 S. 905) 3 bis 5 cc der Probe nach dem Vorschlage von Fresenius (Jahresb. 1880 S. 832) in ein mit Sauerstoff gefülltes Rohr von etwa 120 cc einzuschmelzen und 10 Stunden auf 110° zu erhitzen. Nach dem Erkalten wird das Rohr unter Wasser geöffnet. Mineralöl nimmt hierbei 0,1 bis 4,8 cc Sauerstoff auf, Harzöl 181 cc, Olivenöl 144, Rüböl 166 und Baumwollsaatöl 111 cc.

Für die Flammprüfung von Mineralschmierölen empfiehlt Holde (M. Vers. Berlin 1889 S. 64) den nach Angaben von A. Martens von Pensky Nachf. in Berlin gelieferten Apparat (Fig. 166).

Das zu prüfende Öl muss vor dem Versuch auf Wassergehalt untersucht werden; ergibt sich ein solcher, so ist das Öl erst durch Schütteln mit Chlorcalcium und eintägiges Stehenlassen zu entwässern. Solche Öle, welche gar nicht oder nur sehr wenig schäumen, können direct benutzt werden, ebenso diejenigen, bei denen das Schäumen nur von Luftblasen herrührt. Nach dem Füllen des Ölbehälters bis zur Marke wird der Deckel nach Einfügen von Rührwerk und Thermometer aufgesetzt und der Dreibrenner unter den Apparat gebracht. Man erhitzt bis 120° mit der vollen Flamme, wenn der Flammpunkt des Öles höher als bei 140° vermuthet wird. Von 120° an wird, nach Entfernung der Flamme, das

Rührwerk lebhaft bewegt und das Zündflämmchen auf ungefähr Erbsengröße eingestellt. Bei 140° wird mit dem Eintauchen des Zündflämmchens begonnen und zwar zunächst von 2 zu 2° . Die Eintauchzeit muss möglichst kurz sein und soll ungefähr 2 Sekunden dauern. Sobald ein merkliches Unruhigwerden und eine Vergrößerung des

Sollte bei 160° noch kein Entflammen eingetreten sein, so setzt man die Flamme des Dreibrenners unter Benutzung des Drahtnetzes wieder unter den Apparat, um ein weiteres, nicht zu langsames Ansteigen der Wärme im Öl zu bewirken. Ist bereits bei 140° Entflammen bemerkt worden, was bei nicht vielen Mineralölen vorkommt, so muss

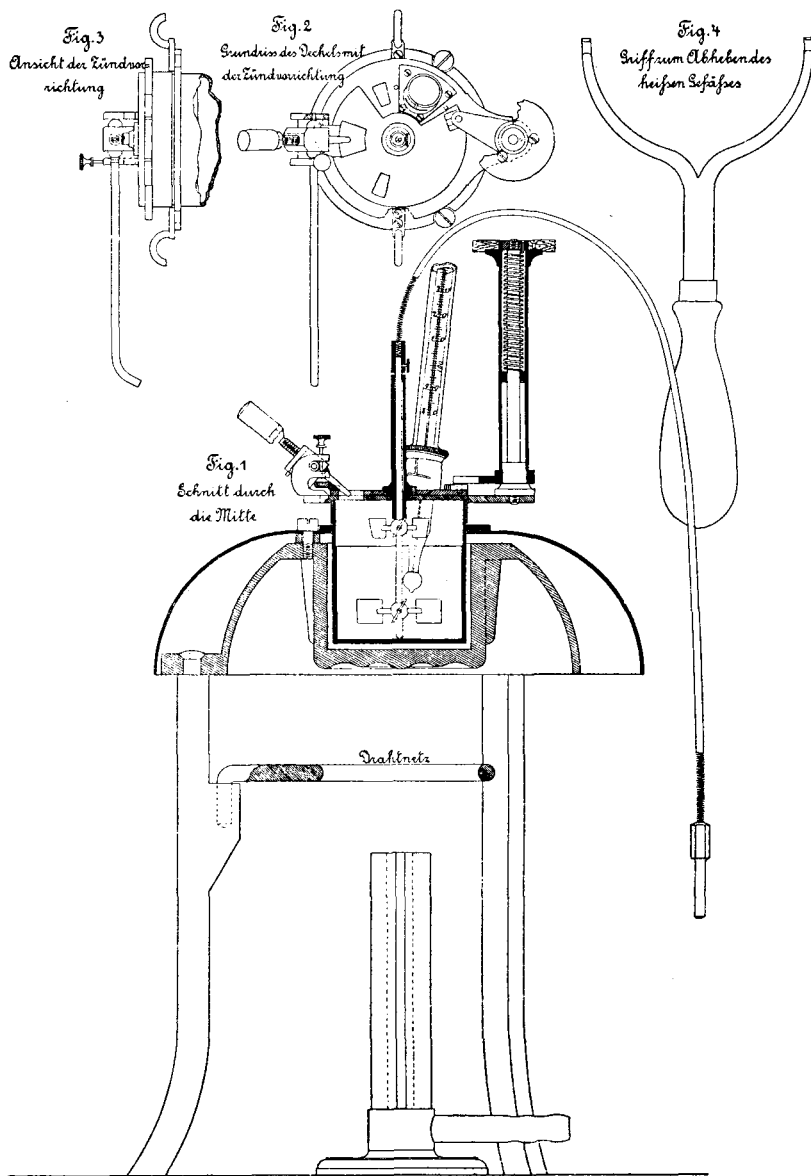


Fig. 166.

Flämmchens eintritt, prüft man von Grad zu Grad, bis ein deutliches Aufflammen im Gefäss mit oder ohne Erlöschen der Zündflamme erfolgt. Der in demselben Augenblick vom Thermometer angezeigte Wärmegrad wird als Flammpunkt niedergeschrieben. Das Thermometer darf gegen Ende des Versuchs bis zu 12° in der Minute steigen.

bei einem zweiten Versuche schon bei 100° oder 80° die Flamme entfernt, bei diesem Wärmegrad mit Rühren und bei 120° beziehungsweise 100° mit dem Eintauchen des Zündflämmchens begonnen werden. Liegt der Flammpunkt nahe an der zulässigen Grenze, so ist es zweckmässig, die Bestimmung durch eine zweite zu controliren. In

den übrigen Fällen genügt bei aufmerksamer Versuchsausführung und Innehaltung obiger Vorschrift die einmalige Prüfung.

Die Grösse der Zündflamme hat zwar keinen merklichen Einfluss auf die Ergebnisse, doch ist es zweckmässig, dieselbe bei allen Versuchen auf Erbsengrösse einzustellen, weil dann die Entflammungserscheinung sich gegen die ursprüngliche kleine Flamme für den Laien noch deutlicher abhebt. Die Einstellung des Öles auf die Marke ist genau innezuhalten. Das Verfahren gibt zuverlässigere Zahlen als die bekannte Tiegelprobe.

Zum Nachweis von Wasser in zähflüssigen Ölen werden nach Holde (das. S. 74) etwa 5 cc der Probe in ein trocknes Reagensglas gefüllt. Man taucht dasselbe in ein bis zu $\frac{3}{4}$ seines Volumens mit hellgelbem Leinöl gefülltes Becherglas von 200 cc Inhalt und befestigt es mittels einer Klemme derartig, dass die Oberfläche des zu prüfenden Öles etwa 1 cm unter derjenigen des Leinöls steht. Man bringt nun ein Thermometer in die Probe und erwärmt das Leinölbad unter zeitweiligem Rühren mittels eines ringförmig gebogenen Platindrahtes, bis das Thermometer 140° zeigt. Bei Gegenwart von Wasser im Öl tritt schon unter 100° Schäumen und meistens auch Stossen ein, welches bei weiterem Erwärmen stärker wird. Vor allem aber bildet sich in der dünnen Ölschicht an den Wänden des Gläschens eine deutlich sichtbare Emulsion von niedergeschlagenem Wasser und Öl, welche bei 150° noch nicht verschwindet.

Zum Nachweis von Mineralöl in fetten Ölen wird nach Holde (das. S. 75) ein erbsengrosses Stück Kalihydrat im Reagensglas mit ungefähr 5 cc absolutem Alkohol so lange gekocht, bis kein festes Alkali mehr am Boden zu beobachten ist. Hierauf fügt man 3 bis 4 Tropfen des zu prüfenden Öles zu der Alkalilösung, kocht 1 Minute lang auf und setzt nunmehr 3 bis 4 cc destillirtes Wasser hinzu. Bleibt die Lösung klar, so ist reines fettes Öl vorhanden. Geringe vor dem Zusatz des Wassers in der Lösung vertheilte Flocken verschwinden nach Hinzufügung desselben, wenn reine fette Öle vorliegen. Bei Gegenwart von geringen Mengen Mineralöl (bis zu 1 Proc.) findet eine deutliche Trübung der ganzen Flüssigkeit statt. Sind grössere Mengen Mineralöl vorhanden, so tritt die Trübung schon nach Zusatz weniger Tropfen Wasser ein.

Neue Bücher.

F. Bluntschli, G. Lasius und G. Lunge:
Die chemischen Laboratorien des Eidgenössischen Polytechnikums in Zürich.
(Zürich, Orell Füssli & Co.)

Das mit 3 Lichtdruckbildern, 9 Plänen und 5 Holzschnitten gezierte Buch gibt eine eingehende Beschreibung der Einrichtung des grossen Laboratoriumgebäudes. Das technisch-chemische Laboratorium hat einen grossen Hörsaal mit 160 Sitzplätzen, die beiden Arbeitssäle haben ausser den Assistentenplätzen 112 Arbeitsplätze (das pharmaceutische Laboratorium hat 14 Plätze, das analytische Laboratorium hat 122 Arbeitsplätze). Ferner sind Abtheilungen für Färberei, Gold- und Silberproben, Gasanalysen, Photographie u. s. w. vorhanden, so dass der technische Chemiker hier alle Hilfsmittel findet, welche er selbst in einem Laboratorium, welches unter der Leitung eines Mannes wie Lunge steht, nur erwarten kann.

F.

F. J. Herz: Die gerichtliche Untersuchung der Kuhmilch sowie deren Beurtheilung. (Berlin, Heuser's Verlag) Pr. 4,50 M.

R. Emmerich und H. Trillich: Anleitung zu hygienischen Untersuchungen. Nach den im hygienischen Institut der königl. Ludwig-Maximilians-Universität zu München üblichen Methoden zusammengestellt. (München, M. Rieger'sche Universitätsbuchhandlung.) Pr. 6,75 M.

Wie das Vorwort von M. v. Pettenkofer sagt, ist das Buch wesentlich für den Bezirksarzt bestimmt. Dasselbe enthält:

1. Meteorologische Untersuchungen,
2. Chemische Untersuchung der Luft,
3. Chemische Untersuchung des Wassers,
4. Untersuchung des Bodens,
5. Bakteriologische Untersuchung von Wasser, Luft und Boden,
6. Untersuchung der Nahrungs- und Genussmittel,
7. Untersuchung von Gebrauchsgegenständen.
8. Baumaterialien, Ventilation, Beleuchtung.

Die Zusammenstellung ist auch für Chemiker werthvoll, sie würde es noch mehr sein, wenn die Literatur vollständiger angegeben wäre.

F.

A. Hilger: Mittheilungen aus dem pharmaceutischen Institute und Laboratorium für angewandte Chemie der Universität Erlangen. 2. Heft. (M. Rieger'sche Universitäts-Buchh.) Pr. 6 M.

Das vorliegende Heft enthält folgende besonders beachtenswerthe Abhandlungen:

G. Günther: Untersuchung des Mehles zum Zwecke der Backfähigkeit.

A. Hasterlik: Nachweis fremder Farbstoffe im Weine.

E. Spaeth: Hydrographische Verhältnisse von Oberfranken; mit vielen Wasseranalysen.

Th. Omeis: Producte der Gährung des Heidelbeersaftes.

A. Hilger und K. Tamba: Nachweis der Cyanverbindungen.

Es sei bestens empfohlen.

F.

F. Tiemann und A. Gärtner: Die chemische und mikroskopisch-bakteriologische Untersuchung des Wassers. Zum Gebrauche für Chemiker, Aerzte, Medicinalbeamte, Pharmaceuten, Fabrikanten und Techniker. (Braunschweig, Friedrich Vieweg u. Sohn).

Das vorliegende Handbuch bildet zugleich die dritte Auflage von Kubel-Tiemann's Anleitung zur Untersuchung von Wasser. Es zerfällt in:

I. Chemischer Theil.

1. Allgemeines über die Beschaffenheit der natürlichen Wasser.
2. Entnahme der Wasserproben.
3. Qualitative Prüfung des Wassers.
4. Quantitative Prüfung des Wassers.
5. Geeigneter Ausdruck der analytischen Ergebnisse.

II. Mikroskopisch-bakteriologischer Theil.

III. Die Beurtheilung der chemischen und mikroskopisch-bakteriologischen Befunde.

Die Untersuchungsverfahren sind sehr ausführlich beschrieben, nur hätten die Literaturnachweise vollständiger sein können. Besonders eingehend ist der mikroskopisch-bakteriologische Theil bearbeitet, und wird gerade dieser Theil von vielen Lesern dieser Zeitschrift mit Freude begrüßt werden. Das Buch ist jedem bestens zu empfehlen, welcher sich eingehend mit Wasseruntersuchungen beschäftigen will. Die Ausstattung, besonders die beigegebenen lithographischen Tafeln, ist vorzüglich.

F.

O. Wallach: Tabellen zur chemischen Analyse. 2. Aufl. (Bonn, E. Weber's Verlag) Pr. 4 M.

O. N. Witt: Chemische Homologie und Isomerie in ihrem Einflusse auf Erfindungen aus dem Gebiete der organischen Chemie (Berlin, Rud. Mückenberger). Pr. 5 M.

Verf. hat es unternommen, die jetzt in Patentsachen so häufig vorkommenden Begriffe der Homologie und Isomerie zu erklären. Namentlich ist auch eine erneute Betrachtung des Begriffes der Erfindung im Gegensatz zur Construction; der Eigenart der chemischen Erfindung und der Stellung, welche dieselbe vor den Patentgesetzen verschiedener Länder einnimmt, endlich auch eine Besprechung des vielumstrittenen Vorprüfungsverfahrens und eine sachliche Kritik seiner Wirkungen auf Erfindungen aus dem Gebiete der

organisch-chemischen Technologie mit dem Gegenstande dieser Arbeit untrennbar verbunden. Diese Aufgabe hat Verf. in sehr anerkennenswerther Weise gelöst, so dass das Buch allgemeine Beachtung verdient.

H. Záhor: Fünfter Jahresbericht des Stadt-Physikates über die Gesundheitsverhältnisse der k. Hauptstadt Prag für das Jahr 1886. (Prag, im Verlage der Gemeinderenten d. Hauptst. Prag.)

Für die Leser dieser Zeitschrift ist besonders beachtenswerth der 4. Abschnitt: Hygiene der Gewerbe. Einer Seifensiederei wird aufgegeben, dass sie nur reine Fette verwende, übelriechende Gase verbrenne. Niederlagen für rohe Häute werden mit Recht beschränkt, in einigen Stadttheilen verboten. Gerbereien werden beschränkt, für Lederfärbereien die Concession versagt, Kattunfabriken die Reinigung der Abwasser aufgegeben, für Knochen- und Lumpenhandlungen schärfere Bestimmungen aufgestellt, desgl. für Handlungen mit Gedärmen. Bäckereien, Brauereien, Badeanstalten wurden wegen Rauchbelästigungen unter strenge Aufsicht gestellt.

Das Buch ist auch für weitere Kreise beachtenswerth.

Verschiedenes.

Rauchbelästigung. Befugniss eines Grundstückseigenthümers im Königreich Sachsen, vom Nachbarn zu verlangen, dass er die regelmässige Zuführung belästigenden Rauchs aus einer Pichereianlage (Brauerei) unterlasse. § 358 des sächs. bürgerl. Gesetzbuchs. (Civilrechtl. Urtheil des Königl. sächs. Oberlandesger. zu Dresden vom 30. Dezember 1887.)

Der Kläger hatte unter dem Anführen, dass von dem Brauereigrundstück des Beklagten aus seinem, an dasselbe anstossenden Grundstück Rauch, Russ und Dunst, welche durch das Sieden von Pech und durch das Pichen von Fässern entstünden, in ungewöhnlicher und belästigender Weise zugeführt werden, Klage erhoben mit dem Antrag, dass der Beklagte verurtheilt werde, die von ihm neben dem Hintergebäude des Klägers neu errichtete Pichereianlage zu entfernen oder die durch sachverständiges Gutachten anzugebenden Vorrichtungen zu treffen, welche die Zuführung von Rauch, Dunst und Russ in das Grundstück des Klägers und in dessen Wohn- und sonstigen Räume verhindern (vgl. S. 9 d. Z.).

Im Laufe der erstinstanzlichen Verhandlung hat Kläger zu diesem Antrag erläuternd bemerkt: Es komme ihm nicht eigentlich auf die Beseitigung der Pichereianlage selbst, sondern vielmehr darauf an, dass der Beklagte in derselben ferner nicht mehr das Pech siede, und das Pichen der Fässer in Zukunft nicht mehr vor der Pichereianlage, sondern in dem hinteren, nach dem Brauhause zu gelegenen Theile des Brauereihofes vornehme oder

Vorkehrungen treffe, durch welche für den Kläger die beregte Belästigung ausgeschlossen werde.

Der Beklagte wurde in beiden Instanzen, unter Nichtbeachtung der erhobenen Einwendungen antragsgemäss verurtheilt, in der Berufungsinstanz unter Beigabe nachstehender, das Sachverhältniss im Übrigen klarstellenden

Gründe:

Der ersten Instanz ist beizutreten, insoweit sie annimmt, dass § 358 des B.-G.-B.'s nicht auf diejenigen Fälle, wo Jemand von seinem Grundstück aus Dampf, Dunst, Rauch etc. in ungewöhnlicher Weise dem Nachbargrundstück mittels einer künstlichen Vorrichtung zuführt, zu beschränken, sondern auch auf diejenigen Belästigungen auszudehnen sei, welche durch dergleichen Zuführungen blos in Folge einer regelmässig wiederkehrenden Hantierung auf einem Grundstück dem Nachbargrundstück in ungewöhnlicher Weise entstehen. Es ist wenigstens alsdann, wenn diese Hantierung die Folge eines Gewerbebetriebes ist, für welchen ein Grundstück in dauernder Weise eingerichtet ist (wie dies beim Grundstück des Beklagten der Fall), nicht abzusehen, warum der nachtheilige Einfluss, welchen dieser Gewerbebetrieb auf die Nachbargrundstücke ausübt, milder beurtheilt werden sollte, als das Vorhandensein einer

Verhalten des Beklagten wenigstens in einem Punkte, insoweit er nämlich einen neuen Pichofen errichtet hat und in solchem Pech siedet, geradezu unter den Wortlaut des § 358 fällt, im Übrigen aber mit dem Zweck und der Benutzung dieses Pichofens im engsten Zusammenhange steht; denn der Beklagte nimmt das Pichen der Fässer jetzt in der unmittelbaren Nähe dieses Ofens, an einer dem Grundstück des Klägers nahe gelegenen Stelle vor, ein Gebahren, wozu ihm offenbar die veränderte Lage des Pichofens die hauptsächliche Veranlassung gibt, da es selbstverständlich für ihn von Vortheil ist, dass das siedende Pech nicht erst auf einem längeren Wege aus dem Ofen in die Fässer getragen werden müsse.

Dass Beides, sowohl die Benutzung des Pichofens zum Pechsieden, als auch das Pichen der Fässer, von dem klägerischerseits behaupteten nachtheiligen Erfolg für das Grundstück des Klägers begleitet sei, hat man im Einklange mit der ersten Instanz für erwiesen anzusehen . . . (Annal. d. K. Sächs. Oberl.-Gerichts zu Dresden 9 S. 434; Ver. Gesundh. 1889 S. 270).

Vorkommen und Production von Blei. C. Blömeke (Bergh.-Ztg. 1889 S. 95) gibt folgende Zusammenstellung über die Blei- und Silberproduction:

	1862				1882			
	Blei		Silber		Blei		Silber	
	t	M.	k	M.	t	M.	k	M.
Deutsches Reich	35 389	12 728 988	63 870	11 364 573	97 023	26 367 065	213 982	32 763 057
Spanien (1861)	64 667	?	8 000		88 339	21 875 000	68 980	6 986 000
Verein. Staaten (1861) .	11 000	4 042 000	?	19 010 000	120 531	50 498 000	1 125 748	187 200 000
Grossbritannien	69 013	29 926 899	21 342	3 780 819	49 286	14 704 370	9 642	1 361 880
Frankreich und Algier .	*20 000	?			8 156	2 119 110	66 940	9 953 659
Belgien (1861)	5 366	1 915 200			8 645	2 355 160	10 150	1 511 440
Österreich (1883)	*4 800	?			11 937	3 639 020	32 626	5 813 934
Italien	5 500	1 980 000	3 500	558 000	15 000	4 400 000		
Norwegen	?	?	3 600	629 913	—	—	5 934	889 600
Griechenland (1880) . .	—	—	—	—	18 390	?		
Ungarn	*1 500	?			*2 000	—		
Indien u. übriges Asien	*6 000	—			*10 000	—		
Russland (1881)	926	—	17 000	?	573	—	8 021	1 380 000
Südamerika	?	—			*1 000	—		
Schweden	442	—	998		243	—	1 531	263 600
Australien	—	—			12	—		
* geschätzt	224 000				430 000			
	rund				rund			

dauernden Anlage (z. B. eines Ofens oder einer Rohrleitung), durch welche Dampf, Russ und Rauch auf den Grund und Boden des Nachbars übergeleitet werden können, thatsächlich aber doch immer nur dann übergeleitet werden, wenn Dampf, Russ und Rauch durch irgend ein menschliches Handeln vorher erzeugt worden sind.

Im vorliegenden Fall ist um so weniger ein Bedenken gegen diese ausdehnende Anwendung des angezogenen § 358 — welcher nach den bereits von der ersten Instanz angezogenen Präjudizien in der Zeitschrift für Rechtspflege und Verw., N. F. Bd. XVI p. 503 und XVIII p. 341 mit den schon vor dem Inkrafttreten des bürgerlichen Gesetzbuchs im Königreich Sachsen in Geltung gewesenen Grundsätzen völlig übereinstimmt — aufzustellen, als das

Die Bleiproduction der Welt ist seit 1862 um ungefähr das Doppelte gestiegen (nach 1882 auf ziemlich gleicher Höhe geblieben). Gegenwärtig schweben Verhandlungen zwischen den europäischen Bleiproducenten zur Bildung einer Convention, um hauptsächlich die Production auf eine gewisse, dem Verbrauch entsprechende Menge zu beschränken (wie solche für Zink besteht) und dadurch den gesunkenen Werth des Bleies wieder zu heben.

Aus der nachstehenden Übersicht ergibt sich das durchschnittlich für das Kilometer Eisenbahn aufgewendete Anlagekapital für Europa zu 297 142 M., für die übrigen Erdtheile zu 153 807 M. Werden nach diesen Sätzen die Anlagekosten der

Übersicht der auf die Eisenbahnen verschiedener Länder im Ganzen und für das Kilometer Bahnlänge verwendeten Anlagekapitalien.

Staaten	Zeit	Länge	Anlagekapital	
	auf welche sich die Anlagekapitals bezieht	km	im Ganzen M.	für 1 km Bahnlänge M.
I. Europa.				
Deutschland	31./3. 1888	38 821	9 902 146 949	255 071
Österreich-Ungarn	31./12. 1886	23 057	5 097 845 452	256 228
Grossbritannien und Irland	31./12. 1887	31 521	16 919 433 080	536 767
Frankreich	31./12. 1885	30 464	10 180 083 050	334 168
Russland	31./12. 1885	25 628	5 791 238 534	225 973
Italien	31./12. 1884	9 916	2 300 051 000	231 953
Belgien (Staatsbahnen)	31./12. 1887	3 200	1 028 054 407	321 267
Schweiz	31./12. 1887	2 961	839 032 997	283 361
Spanien	31./12. 1884	8 485	1 893 782 821	223 192
Portugal	1882	584	90 355 000	154 717
Dänemark (Staatsbahnen)	31./3. 1888	1 519	160 406 400	105 600
Norwegen	30./6. 1888	1 562	143 214 157	91 686
Schweden	31./12. 1887	6 985	537 434 923	76 941
zusammen		184 703	54 883 078 820	297 142
Für die Ende 1887 in Europa vor- handenen Bahnen berechnen sich danach die Anlagekosten auf . . .		207 808	61 747 890 452	
II. Übrige Erdtheile.				
Vereinigte Staaten	1887	238 130	37 333 903 065	156 780
Canada	30./6. 1888	19 842	2 906 036 062	146 459
Brasilien	1886	7 062	927 911 490	131 395
Argentinien	31./12. 1886	5 965	654 741 400	109 764
Britisch Indien	31./12. 1886	20 191	3 567 415 520	176 683
Japan	1885	426	69 754 924	163 754
Kleinasien	1882	167	19 612 000	117 440
Kapcolonie (Afrika)	31./12. 1886	2 573	282 612 320	109 838
Colonie Neu-Süd-Wales	30./6. 1888	3 381	553 268 620	163 641
„ Süd-Australien	30./6. 1887	2 284	169 225 480	74 092
„ Victoria	30./6. 1888	3 247	564 241 280	173 773
„ Queensland	31./12. 1886	2 502	203 112 060	81 180
„ Westaustralien	31./12. 1886	243	13 843 500	56 969
„ Tasmanien	31./12. 1886	488	44 275 620	90 729
„ Neuseeland	31./3. 1888	2 829	267 059 560	94 401
zusammen		309 330	47 577 012 901	153 807

am Schlusse des Jahres 1887 in Betrieb gewesenen Eisenbahnen berechnet, so ergibt sich:

für Europa . . . (270 806 km) = 61 747 899 452 M.
für die übr. Erdtheile (340 066 km) = 52 304 531 262 „

Das gesammte Anlagekapital der
Eisenbahnen der Erde stellt
sich hiernach auf 114 052 421 714 M.

oder rund 114 Milliarden Mark. (Arch. für Eisenbahnen.)

Ausführungsbestimmungen zum § 7 des Zuckersteuergesetzes vom 9. Juli 1887.

(Centralbl. für d. Deutsche Reich 1889. Nr. 29.)¹⁾

Der Bundesrath hat in seiner Sitzung vom 4. d. Mts. beschlossen:

1. den nachstehenden Bestimmungen — Anlage A — zur Ausführung des § 7 des Gesetzes vom 9. Juli 1887, die Besteuerung des Zuckers betreffend, sowie der zugehörigen Instruction zur Untersuchung von Chocolate, Conditorwaaren

und Likören auf ihren Gehalt an Rohrzucker — Anlage B die Zustimmung zu ertheilen:

2. die Anwendung der vorbezeichneten Bestimmungen auf den von der Firma Sachsenroeder & Gottfried zu Leipzig hergestellten „flüssigen Raffinadezucker“, sowie auf den nach dem deutschen Reichspatent Nr. 35487 hergestellten und zur Zeit als sogenannter „Fruchtzucker“ in den Handel gebrachten Invertzuckersyrup mit folgenden Massgaben zu genehmigen:
 - a) durch die Oberbeamten der Steuerverwaltung, denen die allgemeine Aufsicht über die betreffenden Fabriken in Gemässheit des § 39 Absatz 4 des Zuckersteuergesetzes übertragen wird, ist in geeigneter Weise zu controliren, dass zur Herstellung der fraglichen Zuckerwaaren mindestens Zucker der Klasse c des § 6 desselben Gesetzes verwendet wird;
 - b) die Feststellung des Zuckergehaltes des „flüssigen Raffinadezuckers“ erfolgt nach Massgabe der Vorschriften in den letzten vier Absätzen der Ziffer IIg der Anlage B; bei der Berechnung der Steuervergütung ist, solange nicht ein geringerer Zuckergehalt

¹⁾ Vgl. Z. 1888 S. 561.

nachgewiesen oder declarirt ist, jedesmal ein Zuckergehalt von 75 Proc. zu Grunde zu legen;

- c) die Feststellung des Zuckergehalts des Invertzuckersyrups und die Berechnung der Steuervergütung für denselben hat nach Massgabe der unter C beiliegenden Anweisung zur Feststellung des Bonificationswerthes von Invertzuckersyrup zu erfolgen;
- d) die obersten Landes-Finanzbehörden werden ermächtigt, weitere durch das Steuerinteresse etwa gebotene Controlen anzuordnen.

Berlin, 8. Juli 1889.

Der Reichskanzler.

In Vertretung: Freiherr von Maltzahn.

Anlage A.

Für die nachbezeichneten Waaren nämlich:

I. Chocolate;

II. Conditiorwaaren, und zwar:

- a) Dragées (überzuckerte Samen und Kerne unter Zusatz von Mehl),
- b) Raffinadezelten (Zucker mit Zusatz von ätherischen Ölen oder Farbstoffen),
- c) Santoninzelten (Gemenge von Zucker mit einem Bindemittel, wie Eiweiss, nebst einer Zuthat von Santonin),
- d) Dessertbonbons (Fondants, Pralinés, Chocolatebonbons u. s. w., aus Zucker und Einlagen von Marmelade, Früchten oder Chocolate),
- e) Marzipanmasse und Fabrikat (Zucker mit zerquetschten Mandeln),
- f) Cakes und ähnliche Backwaaren,
- g) verzuckerte Süd- und einheimische Früchte, glasirt oder candirt; in Zuckerauflösungen eingemachte Früchte (Marmelade, Pasten, Compots, Gelées);

III. zuckerhaltige alkoholische Flüssigkeiten als:

- a) versüßte Spirituosen (Liköre),
- b) mit Alkohol versetzte und mit Zucker eingekochte Fruchtsäfte (Fruchtsyrup), sowie Fruchtbranntweine (z. B. Heidelbeerwein, Blackberrybrandy),

wird, wenn zu deren Herstellung im freien Verkehr befindlicher Zucker verwendet worden ist, bei der Ausfuhr oder der Niederlegung in öffentlichen Niederlagen oder Privatniederlagen unter amtlichem Mitverschluss eine Vergütung der Zuckersteuer nach Massgabe der folgenden näheren Bestimmungen gewährt:

1. Ein Anspruch auf Steuervergütung steht nur den Fabrikanten der Waaren, nicht auch anderen Versendern zu.

Die Steuervergütung begreift die Vergütung:

- a) der Materialsteuer nach dem Satz c (§ 6 des Gesetzes) von Mk. 10 für 100 k,
- b) der Verbrauchsabgabe von Mk. 12 für 100 k.

Die Vergütung erfolgt, soweit nicht bezüglich einzelner Arten von Waaren eine andere Berechnung vorgeschrieben wird, für die Gesamtmenge des in den Fabrikaten nachweisbar vorhandenen Zuckers mit Einschluss des invertirten, nicht aber für denjenigen Theil des verwendeten Zuckers, der im

Laufe der Fabrikation ausgeschieden oder verloren gegangen ist.

2. Die Vergütungsfähigkeit der Fabrikate ist dadurch bedingt, dass dieselben, abgesehen von der Verwendung aus Stärkezucker bereiteter Couleur zum Färben der Waare, ohne Mitverwendung von Stärkezucker oder Honig hergestellt sind und mindestens 10 Proc. ihres Gewichts an vergütungsfähigem Zucker enthalten.

Die Steuervergütung kann nur beansprucht werden, wenn

- a) zuckerhaltige alkoholische Flüssigkeiten, für welche auch Vergütung der Branntweinverbrauchsabgabe und der Maischbottichbeziehungsweise Materialsteuer in Anspruch genommen wird, in der die Vergütung dieser Abgaben bedingenden Minimalmenge zur Abfertigung gestellt werden,
- b) in den übrigen Fällen die in den gleichzeitig zur Ausfuhr oder Niederlegung angemeldeten Fabrikaten enthaltene Zuckermenge mindestens 100 k beträgt.

Die Directivbehörden sind befugt, im Bedarfsfalle Ausnahmen hiervon zuzulassen.

Für Fabrikate der unter II g und III b bezeichneten Arten wird mit Rücksicht auf den natürlichen Zuckergehalt der zur Herstellung der Waaren verwendeten Früchte die Steuervergütung auf 90 Proc. der in dem Fabrikat vorhandenen Zuckermenge beschränkt.

3. Die Fabrikate, für welche Steuervergütung beansprucht wird, sind von dem Fabrikanten bei einer zur unbeschränkten Abfertigung von Zucker aller Art ermächtigten Steuerstelle nach Massgabe des § 20 der Ausführungsbestimmungen zum Zuckersteuergesetz schriftlich anzumelden. Jedes Collo darf nur Waaren gleicher Gattung und gleichen Zuckergehalts enthalten.

In der Anmeldung (Muster 2 der gedachten Ausführungsbestimmungen) hat der Versender in Spalte 4 neben der Art der Fabrikate die Art und die Anzahl der inneren Umschliessungen, in welchen sich die Fabrikate innerhalb der einzelnen in Spalte 2 und 3 bezeichneten Colli befinden, und den Gehalt der Fabrikate an Zucker in Procenten des Nettogewichts derselben, beziehungsweise bei Spirituosen, für welche auch eine Vergütung an Branntweinsteuer beantragt wird, nach der Anzahl von Grammen Zucker in einem Liter der Flüssigkeit,

in Spalte 6 das Nettogewicht der in dem einzelnen Collo enthaltenen Fabrikate, d. h. das Gewicht derselben ohne alle Umschliessungen, beziehungsweise, sofern in Spalte 4 der Zuckergehalt nach Litergrammen angegeben ist, die Menge der Flüssigkeit in Litern,

in Spalte 7 das Gewicht der Zuckermenge, für welche Steuervergütung beantragt wird, anzugeben.

In Spalte 4 kann statt des wirklichen Gehalts der Waare an Zucker ein niedrigerer (Mindestgehalt) und demgemäss auch in Spalte 7 eine entsprechende Zuckermenge angegeben werden.

4. Die amtliche Ermittlung des Nettogewichts der in einem Collo enthaltenen Fabrikate kann durch probeweise Verwiegung des Inhalts eines Theils der in dem Collo enthaltenen inneren Um-

schliessungen erfolgen. Dabei kommen sinngemäss die Vorschriften in §§ 35 bis 37 der Ausführungsbestimmungen zum Zuckersteuergesetz in Anwendung.

Auch kann zur Erleichterung der Feststellung des Nettogewichts zugelassen werden, dass die zur Ausfuhr angemeldeten Fabrikate auf Kosten des Versenders in dessen Räumen vor der Verpackung amtlich verwogen, unter amtlicher Aufsicht verpackt und zu der Abfertigungsstelle übergeführt werden. In diesem Falle ersetzt die Bescheinigung der Controllbeamten über das Gewicht der Fabrikate und die Art und Zahl der in einem Collo enthaltenen inneren Umschliessungen die Ermittlungen der Abfertigungsstelle.

Bezüglich derjenigen Fabrikate, für welche neben der Zuckersteuervergütung auch eine Vergütung an Branntweinsteuer beansprucht wird, sind die zu letzterem Zweck erfolgten amtlichen Ermittlungen, soweit sie auch für die Zuckersteuervergütung in Betracht kommen, zu benutzen.

5. Der Gehalt der Fabrikate an Zucker und das Nichtvorhandensein von Stärkezucker oder Honig in denselben wird durch eine Untersuchung von Mustern ermittelt, die von der Abfertigungsstelle unter Mitwirkung eines Oberbeamten und Zuziehung des Versenders zu entnehmen sind. Die Untersuchung geschieht auf Kosten des Versenders durch eine seitens der obersten Landes-Finanzbehörde oder auf deren Ermächtigung seitens der Directivbehörde zur Vornahme solcher Untersuchungen bezeichneter Person oder Anstalt nach Massgabe der dieserhalb ergehenden Anweisung.

Es bleibt der obersten Landes-Finanzbehörde überlassen, demnächst die Feststellung des Zuckergehalts solcher Waaren, bei denen derselbe zufolge der gesammelten Erfahrungen mit Sicherheit durch die Polarisation zu bestimmen ist, der Steuerstelle zu übertragen.

Die Untersuchung der Waare auf den Zuckergehalt braucht stets nur soweit ausgedehnt zu werden, dass das Vorhandensein eines der Anmeldung entsprechenden Mindestgehalts von Zucker in der Waare nachgewiesen wird.

Der festgestellte Gehalt an Zucker ist von der Abfertigungsstelle in Spalte 11 der vorstehend unter Ziffer 3 bezeichneten Anmeldung (Muster 2) einzutragen. Demnächst erfolgt in Spalte 14 der Anmeldung gemäss den Ermittlungen in den Spalten 11 und 13 und eventuell unter Anwendung der Bestimmung im letzten Absatz der obigen Ziffer 2 die Feststellung der der Berechnung der Steuervergütung zu Grunde zu legenden Zuckermenge. Statt des amtlich ermittelten Zuckergehalts ist hierbei der declarirte in Ansatz zu bringen, sofern der letztere geringer ist als der erstere.

6. Bei der Entnahme der Muster ist die grösste Sorgfalt anzuwenden. Von jeder Gattung von Waaren, welche unter der nämlichen Benennung und mit dem nämlichen Zuckergehalt angemeldet ist und, wenn bezüglich der Gleichartigkeit der Waare Zweifel bestehen, von jedem für nicht gleichartig erachteten Theile der Sendung, nach vorgängiger Feststellung des Gewichts dieses Theiles, muss ein Muster von mindestens 55 g Gewicht entnommen, im Beisein des Versenders gehörig verpackt und mit amtlichem Siegel verschlossen wer-

den, welchem der Versender sein eigenes Siegel beifügen kann.

7. Bei Abfertigung von Waaren aus Fabriken, deren Inhaber das Vertrauen der Steuerverwaltung besitzen und sich schriftlich verpflichten, unter einer bestimmten Benennung stets nur gleichartige Waaren von einer näher anzugebenden und durch Hinterlegung von Mustern festzustellenden Beschaffenheit mit dem nämlichen Zuckergehalt zur Anmeldung zu bringen, kann mit Genehmigung der obersten Landes-Finanzbehörde, nachdem mindestens zweimal eine vorschriftsmässige Untersuchung von Waarensendungen der bemusterten Art auf den Zuckergehalt stattgefunden und ein mit der Anmeldung übereinstimmendes Ergebniss geliefert hat, von einer regelmässigen Feststellung des Zuckergehalts der Waaren durch amtliche Untersuchung abgesehen und, falls sich bei der Revision keine Abweichung der Waare von den Mustern ergibt, der in der Anmeldung angegebene Zuckergehalt als richtig angenommen und der weiteren Behandlung der Anmeldung zu Grunde gelegt werden. Die Steuerstelle ist jedoch verpflichtet, auch von anscheinend normalen Waaren ab und an Proben zu entnehmen und auf Kosten der Versender untersuchen zu lassen.

8. Im übrigen kommen bezüglich der Abfertigung der mit Anspruch auf Steuervergütung auszuführenden oder niederzulegenden Fabrikate, bezüglich der weiteren Behandlung der Anmeldungen, der Liquidation und Zahlung der Steuervergütung, sowie der Buchführung die zur Ausführung des § 6 des Zuckersteuergesetzes gegebenen bezüglichlichen Vorschriften mit der Massgabe zur Anwendung, dass in die Spalten 16 des Musters 3, 10 des Musters 4 und 8 des Musters 6 der amtlich festgestellte Zuckergehalt der Fabrikate, beziehungsweise, sofern der declarirte Zuckergehalt derselben geringer ist, der letztere, und in die Spalten 17 des Musters 3, 11 des Musters 4 und 9 des Musters 6, sowie in den Text des Musters 5 die in Spalte 14 des Musters 2 festgestellte Zuckermenge zu übernehmen ist.

Anlage B.

Instruction zur Untersuchung von Chocolate, Conditorwaaren und Likören auf ihren Gehalt an Rohrzucker.

Vorbemerkungen.

A. Bei den zu untersuchenden Waaren, namentlich bei Chocolate, Südfruchtschalen und Likören, ist die Untersuchung zunächst auf das Vorhandensein von Stärkezucker oder Honig zu richten.

B. Zur Bestimmung des Rohrzuckergehalts dient das Soleil-Ventzke'sche Saccharimeter. Für die Benutzung des Instruments sind die Vorschriften der den Ausführungsbestimmungen zum Zuckersteuergesetz vom 9. Juli 1887 als Anlage C beigegebenen Anleitung zur Ausführung der Polarisation massgebend²⁾.

Die sogenannte Ventzke'sche Scala ist so eingerichtet, dass der hundertste Punkt erreicht wird, wenn man eine 200 mm lange Röhre einlegt

²⁾ Vgl. Z. 1888 S. 596 u. 619.

gefüllt mit einer Zuckerlösung, welche in 100 cc 26,048 g reinen Rohrzucker enthält.

Wiegt man von einem Material 26,048 g ab, stellt daraus 100 cc Lösung dar und polarisirt diese in der 200 mm-Röhre, so drückt die an der Scala abgelesene Anzahl Grade die Gewichtsprocente Zucker in dem angewandten Material aus.

Dasselbe ist der Fall, wenn das halbe Normalgewicht, d. h. 13,024 g, abgewogen und in 50 cc Lösung übergeführt werden. Bei Herstellung von 100 cc Lösung muss die Ablesung vom Saccharimeter verdoppelt werden.

Hat man irgend eine andere Gewichtsmenge (p. Gramm) der zuckerhaltigen Substanz abgewogen, zu 100 cc gelöst und in der 200 mm-Röhre polarisirt, so gibt die abgelesene Anzahl Theilstriche (a), multiplicirt mit 0,26048, die Anzahl Gramme Rohrzucker an, welche in 100 cc der Lösung enthalten sind. Die Procente Zucker in der angewandten Substanz findet man aus

$$\frac{26,048 \cdot a}{p}$$

Die Polarisation gibt in allen denjenigen Fällen ein ganz richtiges Resultat, wo die zu untersuchende Substanz ausser Rohrzucker keine anderen optisch activen Körper enthält. Sind solche vorhanden, wie z. B. Traubenzucker, Invertzucker, Maltose, Dextrin, Pektinstoffe u. s. w., so wird die Anwendung des Polarisationsapparates unsicher, und man kann nur in gewissen Fällen, welche in der Folge angegeben sind, noch einigermassen zuverlässige Bestimmungen erhalten.

Bezüglich der Herstellung der zu polarisirenden Lösungen ist Folgendes zu bemerken: Von Fabrikaten, welche grösstentheils nur aus Zucker bestehen und beim Behandeln mit Wasser weniger Rückstand hinterlassen, kann die in einer Neusilberschale abgewogene Substanz in dieser selbst gelöst werden, worauf man die Flüssigkeit in ein Messkölbchen (gewöhnlich von 100 cc) spült. Bei Materialien dagegen, welche viel unlösliche Bestandtheile enthalten, dürfen die letzteren nicht in das Messkölbchen kommen, indem sonst das Volumen der entstehenden Zuckerlösung nicht 100 cc, wie es werden soll, sondern weniger betragen würde. Man hat in diesem Falle die Flüssigkeit von dem Rückstand durch Filtration zu trennen und den letzteren auszuwaschen.

Die meisten der Zuckerhaltigen Substanzen liefern beim Filtriren nicht sofort ganz durchsichtige Flüssigkeiten, und es müssen diese daher mit Klärungsmitteln behandelt werden. Als solche dienen:

1. Bleiessig, von welchem man je nach Erforderniss 1 bis 10 cc zusetzt, stark umschüttelt, sodann $\frac{1}{4}$ bis $\frac{1}{2}$ Stunde stehen lässt, worauf filtrirt wird.
2. Bleiessig mit nachherigem Zusatz einiger Tropfen einer Lösung von Alaun oder schwefelsaurer Thonerde, wobei der entstehende Niederschlag von Bleisulfat die trübenden Theilchen niederreiss.
3. Thonerdehydrat in Form eines dünnen Breies, von welchem einige cc mittels eines Löffels zu der Flüssigkeit gebracht und damit stark geschüttelt werden.

4. Gerbsäurelösung behufs Ausfällung von Eiweisssubstanzen. Man hat vorher diese Lösung für sich allein im Polarisationsapparat zu prüfen, ob sie keine Ablenkung bewirkt.

5. Zur Entfernung von Farbstoffen dient am besten Blutkohle, von welcher $\frac{1}{2}$ bis 1 g mit der Flüssigkeit geschüttelt wird.

In manchen Fällen verursacht die Klärung Schwierigkeiten und es muss das zweckmässigste Verfahren durch einige Vorversuche ausfindig gemacht werden. Für die aus Zuckerwaaren dargestellten Lösungen, welche oft schwer von trübenden Theilchen zu befreien sind, ist das in breiarzigem Zustande aufzubewahrende Thonerdehydrat das bewährteste Klärmittel. Von den im Handel vorkommenden Arten von Blutkohle zeichnet sich die gegenwärtig von der chemischen Fabrik von H. Flemming in Kalk bei Köln hergestellte durch ein aussergewöhnlich starkes Entfärbungsvermögen aus.

Wenn, wie es bei den hier in Frage kommenden Materialien nicht selten der Fall ist, neben Rohrzucker sich noch Invertzucker vorfindet, so würde wegen des Linksdrehungsvermögens des letzteren das Resultat der Polarisation zu klein sich ergeben. Um den Rohrzuckergehalt richtig zu finden, wendet man dann das sogenannte Clerget'sche Inversionsverfahren an, welches auf folgende Weise ausgeführt wird: Von dem zu untersuchenden Material werden 26,048 g abgewogen und ohne Zusatz von Klärmitteln in 100 cc Lösung übergeführt. Sodann entnimmt man von der Flüssigkeit mittels einer 50 cc-Pipette die Hälfte und verwendet diese zur directen Polarisation, nöthigenfalls unter vorheriger Behandlung mit Klärmitteln im 50-55 cc-Kölbchen. Zu der im 100 cc-Kölbchen verbleibenden Lösung, welche nunmehr 13,024 g Substanz enthält, spült man zunächst die in der Pipette haften gebliebenen Flüssigkeitstheilchen mit etwas Wasser nach, versetzt hierauf mit 5 cc concentrirter Salzsäure (am besten von 38 Proc. spec. Gewicht 1,188 bei 15°) und stellt sodann das Gefäss unter Umschwenken 15 Minuten lang in ein Wasserbad, dessen Temperatur auf 67 bis 70° erhalten wird. Eine Überschreitung der letzteren Grenze ist zu vermeiden. Schliesslich kühlt man das Kölbchen rasch auf gewöhnliche Temperatur ab und verdünnt mit Wasser auf 100 cc. Zeigt sich die Flüssigkeit gefärbt, so wird sie mit $\frac{1}{2}$ bis 1 g Blutkohle geschüttelt und schliesslich durch ein doppeltes Filter gegossen. Zur Polarisation bringt man die stark saure Lösung in eine 200 mm lange Röhre, welche mit seitlichem Ansatz zum Einführen eines Thermometers versehen ist. Da das Drehungsvermögen des Invertzuckers sehr von der Temperatur beeinflusst wird, so muss diese berücksichtigt werden. Man hält sie am besten zwischen 18 und 22°, liest aber den Thermometerstand während der Polarisation genau ab. Die erhaltene Ablenkung, welche jetzt nach links gerichtet ist, hat man der Verdünnung der Flüssigkeit wegen zu verdoppeln.

Zur Berechnung der Procente Rohrzucker (R) wird die Polarisation der ursprünglichen Lösung zu derjenigen nach der Inversion addirt, die Summe (S) mit 100 multiplicirt und durch die

Zahl $142,4 - \frac{1}{2} t$ getheilt, wobei t die Temperatur der invertirten Flüssigkeit bei der Beobachtung bezeichnet. Es ist also:

$$R = \frac{100 S}{142,4 - \frac{1}{2} t}.$$

Führt man die Polarisation bei der Temperatur von 20° aus, so kann in dieser Formel statt der Zahl 142,4 noch etwas genauer 142,66 gesetzt werden, wodurch sich ergibt:

$$R = \frac{100 S}{142,66 - \frac{20}{2}} = \frac{100 S}{132,66} = 0,7538 S.$$

Enthält die Substanz viel Invertzucker, so muss die Polarisation der ursprünglichen Lösung bei der nämlichen Temperatur vorgenommen werden, wie diejenige der invertirten.

I. Chocolate.

Man wiegt 13,024 g der geraspelten Chocolate in einer Neusilberschale ab, feuchtet zuerst mit Alkohol an (um die nachherige Benetzung mit Wasser zu erleichtern), übergiesst mit etwa 30 cc Wasser und erwärmt 10 bis 15 Minuten auf dem Wasserbade. Sodann wird heiss durch ein Faltenfilter in ein untergestelltes 100 bis 110 cc-Kölbehen filtrirt, wobei die Flüssigkeit ohne Schaden trüb durchgehen kann. Den Rückstand auf dem Filter übergiesst man unter vollständiger Anfüllung des letzteren mehrmals mit heissem Wasser, bis etwa 100 cc Filtrat sich angesammelt haben. Nunmehr ist die Klärung vorzunehmen, welche auf folgende Weise sich erreichen lässt: Man versetzt zuerst mit ungefähr 5 cc Bleiessig, lässt $\frac{1}{4}$ Stunde stehen, fügt sodann einige Tropfen Alaunlösung und etwas feuchtes Thonerdehydrat zu, verdünnt sodann mit Wasser bis zur 110-Marke, schüttelt stark um und filtrirt schliesslich durch ein Faltenfilter. Das letztere kann behufs schnellen Durchgehens der Flüssigkeit vorher schwach angefeuchtet werden; man muss dann aber die ersten 25 cc Filtrat verloren geben.

Der Polarisationsbetrag ist um $\frac{1}{10}$ zu vermehren und sodann zu verdoppeln.

II. Conditorenwaaren.

a) Dragées (überzuckerte Samen und Kerne, unter Zusatz von Mehl). 26,048 g werden in einem Becherglase mit 40 bis 50 cc kaltem Wasser übergossen und unter bisweiligem Umrühren stehen gelassen, bis die Masse sich vollkommen zertheilt hat. Zeigt die Flüssigkeit saure Reaction, so setzt man etwas gefällten kohlensauren Kalk oder auch ein paar Tropfen Ammoniak hinzu. Nunmehr werden die gröberen Theilchen mittels Durchgiessens durch ein Filter von Nesselzeug getrennt, wobei man das Filtrat in einem 100 bis 110 cc-Kolben auffängt. Der Rückstand auf dem Filter wird mit kaltem Wasser gewaschen, bis etwa 100 cc Filtrat entstanden sind. Behufs Klärung setzt man sodann etwas Thonerdebrei zu, füllt mit Wasser zur 110-Marke auf, schüttelt, im Falle die Flüssigkeit gefärbt ist, ungefähr $\frac{1}{2}$ g Blutkohle hinzu und lässt unter bisweiligem Umschütteln mindestens $\frac{1}{2}$ Stunde stehen. Zuletzt wird durch ein trockenes Faltenfilter filtrirt.

Zunächst prüft man nun einen Theil der Flüssigkeit im Reagensrohr mittels Kupfervitriol und Natronlauge, ob bloss Rohrzucker oder auch Invertzucker vorhanden ist. Im ersteren Falle kann direct polarisirt, im zweiten muss das Inversionsverfahren angewandt werden. Dragées sind fast stets invertzuckerhaltig.

b) Raffinadezeltchen (Rohrzucker mit Zusatz von ätherischen Ölen oder Farbstoffen). 26,048 g Material werden in Wasser gelöst, die Flüssigkeit in einen 100 cc-Kolben gebracht und zur Marke mit Wasser verdünnt. Wenn nöthig entfärbt man mit Blutkohle.

Eine Probe des Filtrats prüft man zunächst mit Kupfervitriol und beschränkt sich je nach dem Ergebniss entweder auf die einfache Polarisation oder führt noch die Inversion aus.

c) Santoninzeltchen (Warmzeltchen, Gemenge von Rohrzucker mit einem Bindemittel, wie Eiweiss, nebst einer Zuthat von Santonin). Man löst 13,024 g in Wasser im 100 cc-Kolben, wobei das Santonin ungelöst bleibt, setzt etwa 5 cc Bleiessig nebst einigen Tropfen Alaun zu, lässt unter öfterem Umschütteln einige Zeit stehen, verdünnt schliesslich zur Marke und filtrirt. Es folgt dann die Polarisation.

d) Dessertbonbons (Fondants, Pralinés, Chocolatebonbons u. dgl., enthaltend Rohrzucker, eventuell Invertzucker, und Einlagen von Marmelade, Früchten oder Chocolate). 13,024 g werden mit Wasser unter Zusatz einiger Tropfen Ammoniak bis zur Lösung behandelt. Bleibt wenig Rückstand, so kann die ganze Masse in das 100 cc-Kölbehen gebracht, anderenfalls muss filtrirt werden. Die eine Hälfte der Flüssigkeit verwendet man zur Inversion und klärt nachher mit Blutkohle, die andere Hälfte wird direct polarisirt, nachdem man zuerst im 50—55 cc-Kolben mit Thonerde geklärt hat.

e) Marzipanmasse und Fabrikat (Rohrzucker mit zerquetschten Mandeln). 13,024 g Material werden mit kaltem Wasser im Porzellanmörser zerrieben, sodann in einem Kölbehen mit 50 cc Wasser und etwa 30 cc Thonerdebrei versetzt, gut durchgeschüttelt und durch ein Faltenfilter gegossen. Den Trichter setzt man auf einen 200 cc-Kolben und wäscht die Masse so lange mit Wasser, bis die Marke erreicht ist. Da in dem Marzipan sich kein Invertzucker vorfindet, so kann die Flüssigkeit direct im 2 dm-Rohr polarisirt werden, worauf die Ablesung wegen des angewandten halben Normalgewichts und der Verdünnung auf 200 cc mit 4 multiplicirt werden muss.

f) Cakes und ähnliche durch Zucker versüsste Backwaaren. 26,048 g des gepulverten Materials werden in einem Becherkolben mit etwa 75 cc Alkohol von 85 bis 90 Volumenproc. mindestens $\frac{1}{2}$ Stunde in der Wärme stehen gelassen, hierauf durch ein Nesselfilter gegossen und der Rückstand mehrmals mit Alkohol ausgewaschen. Das in einer Porzellanschale aufgefangene Filtrat erwärmt man auf dem Wasserbade bis zum vollständigen Verflüchtigen des Alkohols, zuletzt unter Zusatz von $\frac{1}{2}$ g Blutkohle und filtrirt schliesslich durch ein Faltenfilter in einen 100 cc-Kolben. Von der Flüssigkeit werden 50 cc zur Inversion, der Rest zur directen Polarisation verwendet.

g) Verzuckerte Süd- und einheimische Früchte und in Zuckerauflösungen eingemachte Früchte (Marmelade, Pasten, Compots, Gelées). Dieselben enthalten neben Rohrzucker eine erhebliche Menge Invertzucker und ferner Pectinstoffe. Die wässerige Lösung der letzteren besitzt jedoch kein Drehungsvermögen.

Ist das Material fest, so werden von einer zerquetschten oder in dünne Scheiben geschnittenen Durchschnittsprobe 13,024 g mit 30 bis 50 cc Wasser nebst einigen Tropfen Ammoniak (zur Bindung freier Fruchtsäuren) versetzt und mehrere Stunden stehen gelassen.

Sodann filtrirt man durch ein Nesselfilter in einen 100 oder 200 cc Kolben, wäscht den Rückstand wiederholt mit heissem Wasser aus, setzt zu dem Filtrat etwa 10 cc Thonerdebrei nebst $\frac{1}{2}$ g Blutkohle, lässt unter häufigem Umschütteln einige Zeit stehen und verdünnt schliesslich bis zur Marke. Die durch ein Faltenfilter gegossene Flüssigkeit muss nach dem Inversionsverfahren polarisirt werden.

In gleicher Weise werden Fruchtgelées und Marmeladen behandelt.

Würde man bei Waaren der Ziffer II g den Zuckergehalt nach der oben angegebenen Formel

$$R = \frac{100 S}{142,4 - \frac{1}{2} t}$$

berechnen, so würde man nur den zur Zeit der Untersuchung in den Waaren noch vorhandenen Gehalt an Rohrzucker erhalten. Bei der Herstellung der Fabrikate ist ursprünglich eine viel grössere Menge Rohrzucker verwandt worden, von welcher aber ein erheblicher Theil durch die Säuren der Früchte in Invertzucker umgewandelt wurde.

Dieser der Steuervergütung zu Grunde zu legende ursprüngliche Rohrzuckergehalt der Waare, welcher vorhanden sein müsste, wenn keine Invertzuckerbildung stattgefunden hätte, lässt sich nun berechnen aus der Linksablenkung, welche die durch Behandlung mit Salzsäure vollständig invertirte Lösung des Fabrikats zeigt. Bezieht man diese Beobachtung auf 26,048 g angewandten Materials, gelöst zu 100 cc und auf die Röhrlänge von 2 dm, so hat man, wenn die erhaltene Zahl B genannt wird, folgende Verhältnisse:

Eine Lösung von 26,048 g Rohrzucker zu 100 cc gibt nach der Inversion bei der Temperatur t° die Linksablenkung $42,4 - \frac{1}{2} t$. Die der beobachteten Polarisation B entsprechende Rohrzuckermenge folgt demnach aus der Proportion:

$$42,4 - \frac{1}{2} t : 26,048 = B : \frac{26,048 \cdot B}{42,4 - \frac{1}{2} t},$$

und diese ist enthalten in 26,048 g angewandten Materials, d. h. den Zuckerfrüchten. Somit ergibt sich der ursprüngliche Procentgehalt r an Rohrzucker in denselben aus der zweiten Proportion:

$$26,048 : \frac{26,048 \cdot B}{42,4 - \frac{1}{2} t} = 100 : r,$$

woraus folgt:

$$r = \frac{100 B}{42,4 - \frac{1}{2} t}.$$

Hat man 13,024 g Substanz zu 100 cc Lösung gebracht und bei der Temperatur von 20° polarisirt, so lässt sich noch genauer setzen:

$$r = \frac{100 B}{42,66 - 10} = 3,062 B.$$

III. Liköre.

Der Gehalt der Liköre an Zucker wird gewöhnlich so ausgedrückt, dass man die Anzahl Gramme angibt, welche im Liter enthalten sind.

Jeder Likör ist zunächst darauf zu prüfen, ob er blos Rohrzucker allein oder ausserdem noch Invertzucker enthält; dies geschieht, wie schon erwähnt, dadurch, dass man einige Kubikcentimeter des Likörs in ein Reagirrohr bringt, mit etwas Wasser verdünnt, ungefähr fünf Tropfen Kupfervitriollösung und schliesslich soviel Natronlauge hinzusetzt, dass eine klare blaue Flüssigkeit entsteht. Bleibt dieselbe beim nachherigen Erwärmen unverändert, so ist blos Rohrzucker vorhanden; tritt dagegen ein gelber oder rother Niederschlag von Kupferoxydul auf, so ist damit die Gegenwart der anderen Zuckerarten dargethan.

Liköre, welche bei Anstellung der Kupferprobe sich als frei von Invertzucker erwiesen haben, können (nöthigenfalls unter vorheriger Entfärbung mit Blutkohle) direct im 2 dm-Rohr, oder bei hohem Zuckergehalt im 1 dm-Rohr polarisirt werden. Das Vorhandensein von Alkohol ist hierbei von keinem störenden Einfluss. Die ätherischen Öle, welche in den Likören vorkommen, haben, obgleich sie drehend wirken, ihrer geringen Menge wegen keinen Einfluss auf die Zuckerbestimmung. Die Anzahl Gramme Rohrzucker R im Liter findet man, wenn A die auf 2 dm bezogene Ablenkung bedeutet, aus: $R = 2,6048 A$.

Ist der Likör invertzuckerhaltig, so muss vor allem der Alkohol entfernt werden, da dieser die Drehung der genannten Zuckerart nicht unerheblich verändert. Man misst ein bestimmtes Volumen (am besten 50 cc) Likör mit der Pipette ab, entleert in eine Porzellanschale und verdampft auf dem Wasserbade nahezu die Hälfte der Flüssigkeit. Im Falle der Likör sauer reagiren sollte, wird er vor dem Erwärmen mit einigen Tropfen Ammoniak neutralisirt. Den Rückstand in der Schale spült man in einem 100-cc-Kolben und verdünnt mit Wasser zur Marke. Die eine Hälfte der Flüssigkeit wird dann direct polarisirt, die andere nach der Inversion mit Salzsäure. Beide Portionen müssen nöthigenfalls mit Blutkohle entfärbt werden.

Bezeichnet:

V die zur Analyse angewandte Anzahl cc Likör,

A die Ablenkung der nicht invertirten Lösung,

B die Ablenkung der invertirten Lösung,

beide bezogen auf 2 dm Röhrlänge,

t die Temperatur der invertirten Lösung bei der Polarisation,

so berechnet sich die Anzahl Gramme Rohrzucker R, welche in 1 l des Likörs enthalten sind, durch die Formel:

$$R = \frac{26048 (A - B)}{(142,4 - \frac{1}{2} t) V},$$

wobei in den Fällen, wo die ursprüngliche Lösung rechtsdrehend (+), die invertirte linksdrehend (−) ist, die Differenz $A - B$ in die Summe $A + B$ übergeht.

Hält man die Temperatur t auf 20° so wird:

$$R = 196,7 \frac{A + B}{V} \text{ oder etwas genauer } = 196,35 \frac{A + B}{V}.$$

Bei den Likören der Ziffer III b kann die ursprünglich angewandte Rohrzuckermenge in Folge

des Zusatzes der Fruchtsäfte durch Übergang in Invertzucker abgenommen haben. Der der Steuer-
vergütung zu Grunde zu legende ursprüngliche
Zuckergehalt derselben ist daher wie bei den ver-
zuckerten Früchten aus der Ablenkung B der in-
vertirten Lösung zu berechnen. Die zu 1 l Likör
verwandte Anzahl Gramme Zucker r findet man
aus:

$$r = \frac{26048 \cdot B}{(42,4 - \frac{1}{2} t) V},$$

und wird $t = 20^\circ$ genommen, so ist:

$$r = 804 \frac{B}{V} \text{ oder etwas genauer } = \frac{26048 B}{32,66 V} = 797,55 \frac{B}{V}.$$

Anlage C.

Anweisung zur Feststellung des Bonificationswerthes von Invertzuckersyrup.

Während oder vor dem Einfüllen des Invert-
zuckersyrups in die Fässer nimmt man Proben
von verschiedenen Stellen des betreffenden Syrup-
postens, damit man ein Durchschnittsmuster er-
hält. Dasselbe wird zunächst gut durchgerührt,
dann werden 250 g davon in einem tarirten Becher-
glase abgewogen. Nachdem diese 250 g mit de-
stillirtem Wasser unter Umrühren gelöst sind,
wird das Glas abermals auf die Waage gebracht
und soviel Wasser hinzugesetzt, dass das Gewicht
von Syrup und Wasser zusammen 1000 g beträgt;
man hat alsdann den Syrup auf das Vierfache seines
ursprünglichen Gewichts verdünnt. Wenn man es
schwierig findet, genau 250 g abzuwiegen, so kann
man auch in anderer Weise verfahren; man füllt
250 bis 300 g Syrup in das Glas und bestimmt
das Gewicht, es sei 261 g, man ergänzt nun nicht
mit Wasser zu 1000 g, sondern wiegt $3 \times 261 =$
783 g Wasser hinzu, ergänzt das Gewicht also zu
 $261 + 783 = 1044$ und hat dann gleichfalls den
Syrup auf das Vierfache verdünnt. Nach dem Zu-
fügen des Wassers rührt man den Inhalt des
Becherglases mit einem Glasstab nochmals gut
durch, um ihn ordentlich zu vermischen, und füllt
alsdann mit der Flüssigkeit einen Cylinder, welcher
die Spindel zur Bestimmung des Invertzuckerge-
halts aufnehmen soll. Diese Spindel ist eigens für
diesen Zweck angefertigt und mit der Aufschrift
„Spindel zur Bestimmung von Invertzucker“ ver-

sehen. Die Benutzung derselben geschieht genau
in gleicher Weise, wie die der Brixspindel bei
Feststellung des Gehalts der Syrupe, weshalb auf
die betreffende Vorschrift hier verwiesen werden
kann. Bezüglich einer Abweichung der Tempera-
tur von der Normaltemperatur von $17\frac{1}{2}^\circ$, welche
ein an der Spindel angebrachtes Thermometer er-
kennen lässt, benutzt man zur Correction der Ab-
lesung folgende Tabelle:

Man zieht von der Spindelanzeige ab:

bei Temperatur der Ablesung
nach Celsius

10°	0,35° Brix,
11°	0,29° -
12°	0,25° -
13°	0,22° -
14°	0,18° -
15°	0,14° -
16°	0,10° -
17°	0,04° -

Man zählt zur Spindelablesung zu bei:

18°	0,03° Brix
19°	0,09° -
20°	0,17° -
21°	0,24° -
22°	0,31° -
23°	0,38° -
24°	0,44° -
25°	0,50° -
26°	0,57° -
27°	0,64° -
28°	0,71° -
29°	0,79° -
30°	0,87° -

Als dann multiplicirt man das erhaltene Re-
sultat mit 4, um den Invertzuckergehalt des un-
verdünnten Syrups zu erfahren. Die gefundene
Zahl wird auf Zehntel abgerundet, und zwar stets
nach oben.

Beispiel: Die Spindelung ergebe 18,1 Proc.
Invertzucker bei 20° , demnach wird nach der Ta-
belle zuzuzählen sein

$0,17^\circ$, also beträgt die Summe

$18,1 + 0,17 = 18,27 \times 4 = 73,08$, abgerundet $= 73,1$.

Nachdem auf diese Weise der Gehalt des
Syrups an Invertzucker bestimmt ist, berechnet
man durch Abzug von $\frac{1}{20}$ und Multiplication der
gefundenen Zahl mit dem Gewicht des Invert-
zuckersyrups das Gewicht des zur Herstellung
desselben verwendeten Rohrzuckers.

Angelegenheiten der

Deutschen Gesellschaft für angewandte Chemie.

Hauptversammlung in Stuttgart.

Unter Hinweis auf die S. 412 veröffentlichte Tagesordnung wird noch bemerkt, dass in dem
geschäftlichen Theile der Sitzung ausser den in den Satzungen vorgesehenen Angelegenheiten auch
Anträge auf

Satzungsänderungen und

Änderung des Vertrages mit der Verlagsbuchhandlung

zur Verhandlung kommen.

Der Vorstand

v. Marx.