

	Rothwein					Weisswein			
	Collares	Azeitao	Arruda	Vallada	Santarem	Bucellas	Alcobaça	Setubal	Santarem
Specifisches Gewicht . . .	0,9938	0,9938	0,9934	0,9955	0,9912	0,9929	0,9985	0,9946	0,9901
Alkohol	9,10	10,02	10,88	10,40	11,21	9,92	10,79	11,21	12,57
Zucker	0,12	0,17	0,18	0,16	0,07	Sp.	0,40	0,76	0,48
Gerbstoff	0,08	0,10	0,04	0,11	0,08	0,04	0,11	0,10	0,05
Extract	2,48	2,91	2,89	3,29	2,65	2,74	2,91	3,17	2,57
Weinstein	0,10	0,10	0,06	0,11	0,08	0,11	0,03	0,09	0,77
Gesammtsäure (Weinsäure) .	0,64	0,69	0,57	0,64	0,69	0,58	0,61	0,66	0,55
Flüchtige Säuren (Essigsäure)	0,13	0,16	0,10	0,10	0,13	0,09	0,15	0,15	0,12
Gesammtasche	0,24	0,25	0,23	0,33	0,26	0,25	0,26	0,25	0,28
Schwefelsaures Kali . . .	0,03	0,06	0,07	0,12	0,04	0,06	0,04	0,06	0,07
Phosphorsäure	0,04	0,03	0,02	0,04	0,04	0,03	—	0,03	0,06

ständig mit obiger deckt. Der Gehalt an Gerbstoff scheint in den Weinen verschiedener Jahrgänge gelegentlich sehr zu schwanken. So enthielten beispielsweise die unter c verzeichneten Rothweine der Berliner Ausstellung (v. 1887) durchschnittlich 0,127 Proc. Gerbstoff, diejenigen der Pariser Ausstellung (v. 1888) durchschnittlich 0,070 Proc. Gerbstoff.

Was das Verhältniss von Gerbstoff zum Extractgehalt anbelangt, so sei hier nur darauf aufmerksam gemacht, dass sämtliche wirklichen Rothweine einen über 2 Proc. liegenden Extractgehalt hatten. Die gelegentlich hohen Zahlen für den Gerbstoffgehalt der Weissweine erklären sich daraus, dass unter „Weisswein“ auch diejenigen dunkel gefärbten Weine einbegriffen sind, die keinen rothen Farbstoff enthalten, die im Übrigen aber oft die Farbe des Portweins noch an Intensität übertreffen. Derartige Weine trifft man in Portugal sehr häufig an.

Ein Wort noch über die eingangs dieses erwähnten Marken portugiesischer Weine, die sich zur Ausfuhr nach Deutschland am besten eignen. Sie entstammen der Mehrzahl nach dem engeren Bezirke von Lissabon. Unter diesen Marken sind die beliebtesten der Rothwein von Collares und der Weisswein von Bucellas. Von beiden wird indessen alljährlich nur eine so beschränkte Menge gewonnen, dass sie nicht annähernd hinreicht, nur denjenigen Wein zu liefern, der in Portugal selbst unter diesem Namen getrunken wird. Die grösste Menge der als Collares und Bucellas ausgeführten Weine entstammt verwandten Lagen, steht aber sehr oft dem Weine, unter dessen Flagge er segelt, an Güte wenig nach.

Ich gebe obenstehend die durchschnittliche Zusammensetzung der fraglichen Weine auf Grund des vorliegenden Zahlenmaterials. Sämtliche Zahlen, ausgenommen diejenigen des specifischen Gewichtes, bedeuten auch hier g in 100 cc.

Coimbra, im Juni 1891.

Die Bestimmung der anorganischen Bestandtheile in Rohzucker-Producten.

Chemisches Laboratorium von
Alberti & Hempel in Magdeburg.

Seit Jahren verfolgen wir mit dem grössten Interesse alle diejenigen Arbeiten, welche sich auf eine genaue Ermittlung der Asche in Zucker beziehen. Wir unterzogen einige dieser Arbeiten einem eingehenden Studium und glauben wohl das Urtheil fällen zu dürfen, dass keine der vorgeschlagenen Methoden denjenigen Anforderungen genügt, welche der Praktiker bei Handelsanalysen sowohl betreffs Genauigkeit wie Raschheit der Ausführung an dieselbe zu stellen gezwungen ist.

Die jetzt allgemein angewandte Methode der Aschenbestimmung in Zuckerproducten ist die sogenannte Sulfatmethode, welche darauf beruht, dass man in bekannter Weise die Salze des Zuckers in schwefelsaure Salze verwandelt und nach Abzug von $\frac{1}{10}$ des Befundes als kohlen-saure Salze — Asche — in Rechnung stellt.

Diese Methode gibt bei mehrfachen Bestimmungen und richtiger Ausführungsweise in derselben Probe recht gut übereinstimmende Resultate und ist insofern als genau zu bezeichnen. Die Unrichtigkeit der Methode liegt darin begründet, dass der Abzug von $\frac{1}{10}$ des Befundes für Umrechnung der schwefelsauren in kohlen-saure Salze mit grösseren Fehlern behaftet ist und nicht einmal richtige Vergleichszahlen erhalten werden.

Diese Fehler werden durch die verschiedenartige Zusammensetzung der Asche, welche namentlich bei Nachproducten durch die mehr oder minder vorhandenen mechanischen Beimengungen (Sand u. dgl.) variirt, hervorgerufen. Es ist uns allerdings nicht unbekannt, dass die Sulfatmethode für derartige sandige Zucker ursprünglich nicht aufgestellt war, und ist in dieser Beziehung nur

der Praxis und dem Handel der Vorwurf zu machen, dass auch solche Nachproducte (nach unseren langjährigen Erfahrungen bis 1,8 Proc. in Wasser unlösliche Bestandtheile enthaltend) der directen Veraschung mit Schwefelsäure u. s. w. unterworfen und die erhaltene Zahl als Asche in Rechnung gestellt werden.

Die oben bereits erwähnten Arbeiten bezwecken nun sämmtlich, die Asche des Zuckers, d. h. die kohlen-sauren Salze desselben, durch künstliche Beimengungen (nach v. Lippmann: Paraffin oder Vaselineöl, nach v. Grobert: Oxalsäure, nach Boyer: Benzoesäure) in leichter Weise frei von Kohle, d. i. rein zu erhalten und als solche zur Wägung zu bringen. Die in letzter Zeit sich immer mehr Bahn brechende Ansicht, dass nicht die anorganischen Bestandtheile der Zuckerproducte, sondern die organischen Bestandtheile derselben melassebildend wirken, führte uns zu den Versuchen, welche wir hiermit veröffentlichen und welche den Zweck haben, die directe Bestimmung der in den Zuckerproducten auftretenden anorganischen Stoffe zu ermöglichen, um dadurch auch indirect eine genauere Ermittlung der organischen Bestandtheile erzielen zu können. Die Bestimmung der letzteren wird ja immer, da die Methode eine indirecte ist, nicht unbedeutende Fehlerquellen einschliessen. Die bisherige Ermittlungsweise ist jedoch durchaus zu verwerfen, sobald uns etwas Besseres zur Verfügung steht, da wir mit der Asche — kohlen-saure Salze — für die organischen Bestandtheile etwas zuzählen, was in den betreffenden Zuckerproducten (in dieser Form ursprünglich) nicht vorhanden gewesen ist. Die Kohlensäure wird erst bei der Verbrennung erzeugt und deshalb werden die organischen Bestandtheile stets um ein Bedeutendes zu niedrig ermittelt.

Hierauf kommen wir weiter unten eingehender zurück.

Die Vorarbeiten zu der nachstehenden Arbeit wurden in unserem Auftrage von unserem ersten Assistenten, Herrn Peters, die weitere Ausarbeitung der aufgefundenen Methode durch unsere Mitarbeiter, Herren Gehre und Deneke, ausgeführt.

Nach einer grossen Reihe von misslungenen Versuchen glauben wir folgende Methode als gut und für die Praxis durchaus geeignet empfehlen zu können. Ungefähr 6 bis 7 g gröblich gemahlener Quarzsand (von Trommsdorf, Erfurt zu beziehen) werden in einem passenden Platinschälchen (wie wir dieselben bei allen unseren Zucker-Veraschungen benutzen und welche etwa 35 cc fassen) gegläht und nach dem Erkalten mit dem Schäl-

chen als Taragewicht gewogen. Hierzu werden 5 g Zucker, welche man in der Praxis am besten für sich auf einem kleinen Tarirblech wägt, gebracht, alsdann die Masse in dem Tiegel unter Vermeidung von Verlusten mit einem dünnen Platindraht gut durchgemischt und der Draht zum Schluss mit einer Federfahne gereinigt. Den so vorbereiteten Tiegel bringt man in eine Platinmuffel und erhitzt sofort mit voller Flamme. Der Zucker verbrennt ruhig und ohne Schäumen. Nach $\frac{1}{2}$ bis $1\frac{1}{4}$ Stunden je nach dem Zuckerproduct ist die Veraschung beendet und ein weiteres Anrühren oder dergl. der glühenden Masse durchaus unnöthig. Die Praxis wird jeden nach dieser Methode Arbeitenden bald diejenige Zeit erkennen lassen, welche für die betreffenden Producte bei den vorhandenen Flammen und Muffeln nothwendig ist, da die Resultate bei doppelter Ausführung nur nach vollständiger Veraschung übereinstimmen werden. Bei Melassen pflegen wir etwa 3 g im Schälchen, welches mit Quarzsand und einem kleinen Platindraht tarirt ist, abzuwägen, nach dem Mischen kurze Zeit zu erwärmen und mit kleiner Flamme in derselben Weise zu arbeiten. Die erhaltene Masse ist weissgrau und nur bei schlechten Nachproducten und Melassen etwas dunkler gefärbt.

Diese Methode beruht darauf, dass, wenn ein Gemisch von Zucker mit Kieselsäure (Quarz) der Verbrennung unterzogen wird, vollständige Veraschung (ohne Rückstand von Kohle) eintritt und dass sich bei dieser Verbrennung keine kohlen-sauren, sondern kieselsaure Salze aus den vorhandenen organisch-sauren Salzen bilden. Die bereits in den Zuckern vorhandenen schwefelsauren Verbindungen und Chloralkalien werden bei der Temperatur, welche während der Veraschung in der Platinmuffel vorwaltet, durch die Kieselsäure nicht zersetzt und man ermittelt somit rasch und sicher die anorganischen Bestandtheile, welche in den Zuckerproducten wirklich vorhanden sind. Welche Übereinstimmung diese Methode bei den so erhaltenen Zahlen unter sich, welche Differenzen dieselbe mit der Sulfatmethode zeigt und in wie weit dieselbe den oben angeführten Ansprüchen (frei von Kohlensäure u. s. w.) gerecht wird, wollen wir zunächst durch eine grosse Anzahl von ausgeführten Untersuchungen belegen¹⁾.

¹⁾ Die genaue Bezeichnung des Ursprungs der aufgeführten Zuckerproducte bedauern wir nicht geben zu können, da wir hierzu nicht berechtigt sind.

Be- zeichnung	Asche (kohlen- saure Salze) ermittelt nach der Sulfatmethode			Anorganische Bestandtheile er- mittelt nach der Quarz- (Kiesel- säure)-Methode		
	Bestim- mung I Proc.	Bestim- mung II Proc.	Mittel Proc.	Bestim- mung I Proc.	Bestim- mung II Proc.	Mittel Proc.

A. Erste Producte.

1. TZ 11	1,14	1,15	1,145	0,72	0,71	0,715
2. O 214 A	0,92	0,91	0,915	0,63	0,63	0,630
3. B 14	0,82	0,82	0,820	0,54	0,54	0,540
4. B 22	0,85	0,84	0,845	0,56	0,56	0,560
5. H R C 121	1,27	1,27	1,270	0,83	0,83	0,830
6. K IV	0,53	0,53	0,530	0,37	0,37	0,370
7. K V	0,59	0,58	0,585	0,39	0,40	0,395
8. G 8	0,92	0,90	0,910	0,61	0,60	0,605
9. O I	0,96	0,96	0,960	0,56	0,56	0,560
10. Krystallzuck.	0,012	0,014	0,013	0,011	0,009	0,010
11. Gr A I	1,15	1,15	1,150	0,67	0,67	0,670
12. Z S 64	0,77	0,76	0,765	0,49	0,50	0,495
13. S 23	1,13	1,13	1,130	0,78	0,79	0,785
14. L C 8/10	1,05	1,04	1,045	0,72	0,71	0,715
15. K K 301	1,21	1,20	1,205	0,76	0,76	0,760
16. K K 302	1,20	1,19	1,195	0,76	0,75	0,755
17. L 26	0,73	0,72	0,725	0,47	0,47	0,470
18. L 27	0,71	0,71	0,710	0,49	0,48	0,485
19. J F C 484	1,23	1,24	1,235	0,91	0,88	0,895
20. J F C 485	1,29	1,28	1,285	0,87	0,86	0,865
21. P 25	0,90	0,90	0,900	0,58	0,58	0,580
22. P 26	0,91	0,92	0,915	0,63	0,62	0,625
23. A E 4	1,20	1,21	1,205	0,74	0,74	0,740
24. A E 7	1,27	1,27	1,270	0,76	0,77	0,765
25. A E 8	1,25	1,23	1,240	0,75	0,74	0,745
26. H R Z 120	1,04	1,03	1,035	0,66	0,66	0,660
27. Z S 69	0,77	0,78	0,775	0,52	0,50	0,510
28. A W E 91	0,95	0,95	0,950	0,62	0,62	0,620
29. D 1748	1,02	1,00	1,010	0,64	0,65	0,645
30. D 1749	0,95	0,95	0,950	0,63	0,62	0,625
31. D 1751	0,81	0,80	0,805	0,57	0,56	0,565
32. D 1752	0,72	0,72	0,720	0,51	0,50	0,505
33. J F C 472	1,40	1,38	1,390	1,00	1,00	1,000
34. J F C 471	1,39	1,39	1,390	1,01	1,01	1,010
35. W 31	1,21	1,19	1,200	0,84	0,83	0,835
36. Gr G I	0,86	0,84	0,850	0,55	0,56	0,555
37. Gr G II	0,83	0,81	0,820	0,56	0,56	0,560
38. J F C 473	1,39	1,37	1,380	0,97	0,95	0,960
39. J F C 474	1,40	1,38	1,390	0,94	0,96	0,950
40. L 25	0,69	0,67	0,680	0,48	0,48	0,480
41. E 29	0,70	0,72	0,710	0,41	0,42	0,415
42. P Z A 11	0,89	0,89	0,890	0,61	0,60	0,605
43. Z P 1	0,75	0,73	0,740	0,55	0,55	0,550
44. Z P 2	0,79	0,78	0,785	0,56	0,58	0,570
45. Z D 63	1,15	1,15	1,150	0,81	0,82	0,815
46. Z D 64	1,11	1,10	1,105	0,78	0,78	0,780
47. D 1756	0,77	0,74	0,755	0,55	0,54	0,545
48. H 12	0,69	0,70	0,695	0,49	0,49	0,490
49. O 4	0,90	0,90	0,900	0,67	0,66	0,665
50. O 9	0,77	0,76	0,765	0,54	0,54	0,540
51. Z O 1	0,95	0,94	0,945	0,62	0,61	0,615
52. L Z 1	1,22	1,21	1,215	0,87	0,86	0,865
53. L Z 2	1,12	1,11	1,115	0,79	0,79	0,790
54. F A N 1780	0,86	0,86	0,860	0,62	0,62	0,620
55. F A N 1781	0,87	0,86	0,865	0,65	0,64	0,645
56. Z M R D 24	1,07	1,05	1,060	0,69	0,67	0,680
57. Z M R D 26	1,03	1,02	1,025	0,68	0,67	0,675
58. Z M R D 27	1,05	1,05	1,050	0,71	0,70	0,705
59. Z M R D 28	1,17	1,14	1,155	0,75	0,74	0,745
60. W 37	0,73	0,73	0,730	0,51	0,50	0,505
61. W 35	0,73	0,72	0,725	0,50	0,50	0,500
62. N 22	1,09	1,08	1,085	0,74	0,73	0,735
63. P 3	0,90	0,90	0,900	0,63	0,63	0,630
64. Z O 3	0,85	0,86	0,855	0,55	0,56	0,555
65. W 9	0,73	0,71	0,720	0,56	0,56	0,560

Be- zeichnung	Asche (kohlen- saure Salze) ermittelt nach der Sulfatmethode			Anorganische Bestandtheile er- mittelt nach der Quarz- (Kiesel- säure)-Methode		
	Bestim- mung I Proc.	Bestim- mung II Proc.	Mittel Proc.	Bestim- mung I Proc.	Bestim- mung II Proc.	Mittel Proc.

66. W 10	0,68	0,67	0,675	0,49	0,50	0,495
67. L 20	0,71	0,72	0,715	0,52	0,52	0,520
68. L 21	0,73	0,73	0,730	0,52	0,53	0,525
69. Z M R D 20	1,13	1,11	1,120	0,80	0,79	0,795
70. Z M R D 26	1,00	1,00	1,000	0,69	0,68	0,685
71. H 7—8	0,70	0,69	0,695	0,58	0,58	0,580
72. H 9—10	0,78	0,77	0,775	0,58	0,58	0,580
73. Z L 51	1,13	1,12	1,125	0,76	0,75	0,755
74. Z L 56	1,21	1,22	1,215	0,77	0,78	0,775
75. Z L 52	1,23	1,23	1,230	0,78	0,78	0,780
76. P 26	0,92	0,90	0,910	0,54	0,55	0,545
77. Z L 41	1,24	1,25	1,245	0,80	0,81	0,805
78. Z L 42	1,12	1,11	1,115	0,76	0,76	0,760
79. D 1775	1,15	1,15	1,150	0,76	0,75	0,755
80. G 535	1,14	1,15	1,145	0,75	0,75	0,750
81. H II	0,83	0,81	0,820	0,53	0,52	0,525
82. E 28	0,65	0,66	0,655	0,39	0,39	0,390
83. Z L 53	1,25	1,26	1,255	0,83	0,81	0,820
84. Z L 54	1,23	1,23	1,230	0,78	0,79	0,785
85. Z L 55	1,35	1,33	1,340	0,89	0,90	0,895
86. W 105	1,05	1,06	1,055	0,63	0,62	0,625
87. W 107	1,00	1,00	1,000	0,59	0,58	0,585
88. W 108	1,07	1,05	1,060	0,63	0,63	0,630
89. W 109	1,05	1,05	1,050	0,62	0,63	0,625
90. P 87	1,07	1,06	1,065	0,68	0,68	0,680
91. P 88	1,20	1,21	1,205	0,78	0,77	0,775
92. P 89	1,20	1,18	1,190	0,76	0,76	0,760
93. K Z 20	1,22	1,23	1,225	0,78	0,79	0,785
94. K Z 21	1,35	1,34	1,345	0,89	0,87	0,880
95. S 1	0,77	0,76	0,765	0,52	0,51	0,515
96. S 2	0,79	0,78	0,785	0,55	0,54	0,545
97. W 34	0,73	0,73	0,730	0,47	0,47	0,470
98. W 37	0,75	0,73	0,740	0,47	0,46	0,465
99. Z L 75	1,22	1,20	1,210	0,74	0,73	0,735
100. Z L 77	1,37	1,34	1,355	0,79	0,78	0,785

B. Nachproducte.

1. J Fr C 461	3,04	3,06	3,050	2,32	2,34	2,330
2. A 12	2,08	2,07	2,075	1,55	1,56	1,555
3. Z N 4	2,01	2,03	2,020	1,32	1,32	1,320
4. H II	2,07	2,08	2,075	1,65	1,66	1,655
5. K II	2,68	2,66	2,670	1,82	1,83	1,825
6. D 1726	2,79	2,81	2,800	1,91	1,90	1,905
7. D 1727	2,51	2,50	2,505	1,67	1,67	1,670
8. E A C	3,18	3,19	3,185	2,34	2,35	2,345
9. E 528	2,43	2,43	2,430	2,05	2,04	2,045
10. E II	3,30	3,28	3,290	2,30	2,30	2,300
11. Z M 146	2,79	2,80	2,795	1,89	1,88	1,885
12. T Z 3	2,83	2,83	2,830	2,16	2,16	2,160
13. U 31	4,11	4,17	4,140	3,25	3,26	3,255
14. H IV	2,88	2,85	2,865	2,07	2,08	2,075
15. Z O 150	3,25	3,25	3,250	2,44	2,46	2,450
16. P Z A 113	1,85	1,84	1,845	1,22	1,23	1,225
17. P Z A 114	2,07	2,07	2,070	1,50	1,52	1,510
18. Z 816	2,43	2,39	2,410	1,70	1,70	1,700
19. W 2	2,95	2,94	2,945	2,19	2,19	2,190
20. W 1	3,51	3,44	3,475	2,48	2,49	2,485
21. Z O 151	3,15	3,17	3,160	2,40	2,43	2,415
22. A 13	2,95	2,91	2,930	2,12	2,11	2,115
23. Z N 105	2,45	2,47	2,460	1,94	1,94	1,940
24. Z N 106	2,50	2,51	2,505	1,96	1,94	1,950
25. Z N 107	2,44	2,43	2,435	1,84	1,86	1,850
26. C L 8	2,02	2,01	2,015	1,77	1,78	1,775
27. H 23	1,96	1,99	1,975	1,58	1,58	1,580
28. Gr A II	3,12	3,12	3,120	2,38	2,37	2,375

Be- zeichnung	Asche (kohlen- saure Salze) ermittelt nach der Sulfatmethode			Anorganische Bestandtheile er- mittelt nach der Quarz- (Kiesel- säure)- Methode		
	Bestim- mung I Proc.	Bestim- mung II Proc.	Mittel Proc.	Bestim- mung I Proc.	Bestim- mung II Proc.	Mittel Proc.
29. W 202	2,54	2,55	2,545	1,96	1,97	1,965
30. Z H 16	1,87	1,87	1,870	1,28	1,26	1,270
31. Z Sb N 6	2,35	2,35	2,350	1,84	1,83	1,835
32. Z Sb N 7	2,31	2,32	2,315	1,81	1,80	1,805
33. Z B 255	2,35	2,35	2,350	1,97	1,98	1,975
34. P 7	2,75	2,73	2,740	1,94	1,94	1,940
35. T 38	2,42	2,45	2,435	1,64	1,65	1,645
36. Z P 16	2,50	2,50	2,500	1,86	1,84	1,850
37. Z P 17	2,60	2,61	2,605	1,86	1,85	1,855
38. B 822	2,97	2,97	2,970	2,32	2,33	2,325
39. M 491	1,95	1,95	1,950	1,18	1,19	1,185
40. H II	2,83	2,80	2,815	1,86	1,85	1,855
41. CL 7	3,28	3,25	3,265	2,33	2,31	2,320
42. O II	2,58	2,57	2,575	1,94	1,94	1,940
43. Z A 3	2,91	2,93	2,920	2,43	2,46	2,445
44. Z A 7	2,60	2,59	2,595	1,95	1,96	1,955
45. Z A 34	2,51	2,51	2,510	1,90	1,90	1,900
46. M II	2,40	2,40	2,400	1,58	1,58	1,580
47. M 493	2,26	2,27	2,265	1,42	1,42	1,420
48. M 494	2,22	2,21	2,215	1,36	1,36	1,360
49. Z K 49	2,69	2,70	2,695	1,90	1,91	1,905
50. Z K 50	2,63	2,62	2,625	1,88	1,87	1,875
51. S 109	2,17	2,16	2,165	1,41	1,42	1,415
52. Z D 55	2,64	2,64	2,640	2,00	2,00	2,000
53. Z D 56	2,59	2,58	2,585	1,94	1,95	1,945
54. E 81	2,40	2,39	2,395	1,62	1,60	1,610
55. E 82	2,35	2,35	2,350	1,61	1,59	1,600
56. A 14	2,22	2,21	2,215	1,63	1,63	1,630
57. A II	1,83	1,82	1,825	1,30	1,31	1,305
58. E 2	2,02	2,02	2,020	1,51	1,52	1,515
59. E A C 4301	2,17	2,15	2,160	1,57	1,57	1,570
60. T	2,57	2,56	2,565	1,84	1,84	1,840
61. CL	1,59	1,57	1,580	1,12	1,11	1,115
62. S 107	2,25	2,25	2,250	1,64	1,63	1,635
63. S 108	2,60	2,60	2,600	1,95	1,92	1,935
64. O	3,09	3,06	3,075	2,48	2,48	2,480
65. D 1744	2,55	2,57	2,560	1,96	1,96	1,960
66. D 1745	2,51	2,49	2,500	1,89	1,90	1,895
67. D 1746	2,45	2,47	2,460	1,82	1,81	1,815
68. D 1743	2,55	2,53	2,540	1,89	1,91	1,900
69. D 1676	2,28	2,28	2,280	1,59	1,59	1,590
70. D 1706	2,23	2,25	2,240	1,47	1,46	1,465
71. Soest	2,50	2,50	2,500	1,84	1,84	1,840
72. P 14	1,95	1,93	1,940	1,46	1,46	1,460
73. C 2	2,37	2,38	2,375	1,69	1,71	1,700
74. S 906	4,00	3,97	3,985	2,99	2,96	2,975
75. Gr A II	2,89	2,87	2,880	2,21	2,21	2,210
76. T Z 1	3,01	3,01	3,010	2,37	2,36	2,365
77. T Z 2	3,05	3,04	3,045	2,42	2,44	2,430
78. J M P 221	2,08	2,08	2,080	1,55	1,55	1,550
79. P 2	2,50	2,49	2,495	1,76	1,75	1,755
80. J 175	2,91	2,90	2,905	2,32	2,32	2,320
81. B I	2,67	2,65	2,660	2,02	2,02	2,020
82. Z K 47	2,75	2,73	2,740	1,88	1,88	1,880
83. Z K 48	2,72	2,72	2,720	1,94	1,91	1,925
84. Z O 142	2,96	2,90	2,930	2,25	2,23	2,240
85. Z H 35	3,70	3,70	3,700	3,11	3,13	3,120
86. Z H 14	1,72	1,70	1,710	1,24	1,24	1,240
87. W 3	2,78	2,80	2,790	2,06	2,06	2,060
88. Z L 1	2,37	2,38	2,375	1,79	1,78	1,785
89. Z L 2	2,35	2,37	2,360	1,76	1,77	1,765
90. Z L 3	2,37	2,38	2,375	1,79	1,78	1,785
91. Z L 4	2,35	2,34	2,345	1,76	1,75	1,755
92. Z L 5	2,27	2,28	2,275	1,66	1,65	1,655
93. Z L 6	2,24	2,23	2,235	1,63	1,64	1,635
94. Z L 7	2,34	2,34	2,340	1,71	1,72	1,715

Be- zeichnung	Asche (kohlen- saure Salze) ermittelt nach der Sulfatmethode			Anorganische Bestandtheile er- mittelt nach der Quarz- (Kiesel- säure)- Methode		
	Bestim- mung I Proc.	Bestim- mung II Proc.	Mittel Proc.	Bestim- mung I Proc.	Bestim- mung II Proc.	Mittel Proc.
95. Z L 8	2,32	2,31	2,315	1,68	1,69	1,685
96. Z L 9	2,22	2,24	2,230	1,64	1,65	1,645
97. Z L 10	2,35	2,37	2,360	1,73	1,73	1,730
98. Z L 11	2,37	2,36	2,365	1,74	1,74	1,740
99. Z L 12	2,39	2,38	2,385	1,79	1,78	1,785
100. Z L 13	2,34	2,35	2,345	1,78	1,77	1,775

C. Melassen.

1. H	10,80	10,82	10,810	6,74	6,69	6,715
2. K	10,42	10,40	10,410	6,80	6,78	6,790
3. J	12,27	12,27	12,270	7,94	7,94	7,940
4. Sch	12,63	12,56	12,595	8,74	8,78	8,760
5. Koe	9,91	9,90	9,905	6,60	6,63	6,615
6. S	11,27	11,30	11,285	7,24	7,18	7,210
7. Ko	12,76	12,68	12,720	8,10	8,04	8,070
8. Br	11,25	11,16	11,205	6,88	6,87	6,875
9. A J	9,57	9,54	9,555	6,48	6,44	6,460
10. O P	11,98	12,04	12,010	7,90	7,86	7,880
11. J	12,15	12,18	12,165	8,06	7,97	8,015
12. G	10,42	10,44	10,430	6,61	6,57	6,590
13. K	10,35	10,44	10,395	6,76	6,82	6,790
14. Kr	10,94	10,98	10,960	7,10	7,13	7,115
15. N	11,30	11,34	11,320	7,27	7,35	7,310
16. O	11,73	11,73	11,730	7,64	7,63	7,635
17. P	9,27	9,23	9,250	5,77	5,68	5,725
18. R	10,44	10,38	10,410	6,94	6,88	6,910
19. Sch	12,36	12,36	12,360	8,15	8,13	8,140
20. St	10,13	10,08	10,105	7,11	7,18	7,145

Wir hielten die Untersuchung einer so bedeutenden Anzahl von Zuckerproducten der verschiedensten Fabriken für wichtig, um mit Sicherheit ein Urtheil über die Genauigkeit der neuen Methode und die Übereinstimmung mit der Sulfatmethode fällen zu können.

Was nun zunächst die Ausführung der neuen Methode betrifft, so glauben wir, dass dieselbe nach grösserer Praxis mit derselben Raschheit wie die Sulfatmethode zu erledigen ist. Jedenfalls erfordert jedoch die Quarzmethode ein etwas vorsichtigeres Arbeiten und doppelte Anfertigung der Bestimmungen, was wir kaum als einen Fehler der Methode ansehen möchten. Wir untersuchen nach der Sulfatmethode unsere sämtlichen Zuckerproben zweifach und haben in unserer langjährigen Praxis ein interessantes Material betreffs der vorkommenden Aschendifferenzen gesammelt. Wir glauben demnach behaupten zu dürfen, dass ein nicht unerheblicher Theil der im Handel vorkommenden Differenzen darauf zurückzuführen ist, dass die Bestimmungen in verschiedenen Laboratorien nur einfach ausgeführt werden. Ein Handelslaboratorium, welches in grösserem Umfange in Zuckeranalysen arbeitet, ist heute eigent-

lich eine Analysenfabrik, und dader betreffende Handelschemiker nur noch die wenigsten Analysen selbst auszuführen im Stande ist, kann und muss derselbe sich durch doppelte Anfertigung aller Untersuchungen gegen Fehler schützen. Bei der häufigeren Ausführung der Untersuchung nach der Quarzmethode zeigt es sich, dass die Platingefässe nicht unbedeutend angegriffen werden. Es ist dies eine unangenehme Seite der Methode, welcher vielleicht durch Anwendung der neuerdings eingeführten, mit Platingold plattirten Platingefässe abzuhelpen ist. Eine grosse Lichtseite der neuen Quarzmethode gegen die Sulfatmethode ist der Fortfall der Schwefelsäure, da in einem stark beschäftigten Laboratorium selbst bei den besten Abzugsvorrichtungen es nicht zu vermeiden ist, dass die bei der Veraschung sich bildende Schweflige Säure in die Arbeitsräume tritt. Die Übereinstimmung der nach der Quarzmethode gefundenen Zahlen ist als eine vorzügliche zu bezeichnen und übertrifft dieselbe sogar die Sulfatmethode. Bei dem Vergleich der nach beiden Methoden erzielten Untersuchungsergebnisse erscheint es zunächst auffällig, dass dieselben nicht in einem bestimmten Verhältnisse zu einander stehen. Im Gegentheil zeigen sich hier die grössten Abweichungen, welche am deutlichsten bei sandigen Nachproducten hervortreten.

Zucker, selbst erste Producte, welche für sich bereits grössere Mengen von schwefelsauren Salzen, Chlorverbindungen oder mechanischen Beimengungen enthalten, werden nach der Sulfatmethode stets niedrigere Aschenresultate ergeben als Zucker von dem gleichen Gehalt an anorganischen Bestandtheilen, welche letztere nur in der Form von organisch sauren Salzen vorhanden sind, da diese sämmtlich in schwefelsaure Salze übergehen. Die Unrichtigkeit unserer jetzt gebräuchlichen Aschenbestimmung und der daraus abgeleiteten Rendementsberechnung zeigt sich bei solchen Zuckern in schärfster Weise. Durch die Multiplication dieses Aschenbefundes mit dem Factor 5 erhöht sich der Fehler bei der Berechnung des Rendements bis zu verschiedenen Procenten.

Es war nun noch nothwendig, um nachzuweisen, dass wir bei der Quarzmethode die in den Zuckerproducten wirklich vorhandenen anorganischen Bestandtheile feststellen, festzustellen, dass der erhaltene Verbrennungsrückstand frei von Kohlensäure ist und sowohl die schwefelsauren Alkalien als auch die Chloralkalien bei dieser Arbeitsweise nicht oder in nicht zu berücksichtigender Weise zersetzt werden. Zu diesem Zwecke wurden je 10 der ausgeführten Doppelbe-

stimmungen (20 Verbrennungsrückstände) auf ihren Gehalt an Kohlensäure untersucht und war keine Gewichtszunahme der benutzten Kaliapparate bez. Barytrohre zu ermitteln. Sodann wurde zu wiederholten Malen schwefelsaures Kali und Natron, Chlorkalium und Chlornatrium in grösserer und geringerer Menge (0,5 bis 0,04 g) in gleicher Weise mit Quarz gemengt, jedoch bei zweifach verlängerter Erhitzungsdauer dem Glühen in der Muffel ausgesetzt, wie dies bei der neuen Bestimmungsmethode der Fall ist. Auch wurden diese Salz mengen mit 5 g chemisch reinem Zucker und der entsprechenden Quarzmenge gemischt und geglüht. In allen Fällen war bei den schwefelsauren Salzen eine kaum bemerkbare Abnahme, bei den Chlorverbindungen eine nicht zu berücksichtigende Differenz von wenigen Milligrammen nachzuweisen.

Um nun ein Bild für die Zusammensetzung der Zuckerproducte gegenüber der üblichen Sulfatmethode zu erhalten, führten wir vollständige Analysen (Bestimmung des Zuckers durch Polarisation) von einigen, Invertzucker freien ersten Producten Nachproducten und Melassen aus. (S. nebenst. Tab.)

Die Bestimmung des Wassers und der anorganischen Bestandtheile nach der Quarzmethode wurde bei vorstehenden Analysen in derselben Substanzmenge ausgeführt und zwar bei den Zuckern mit 5 g, bei den Melassen mit etwa 3 g. Bei den festen Zuckerproducten wurde nach Wägung des mit Quarzsand geglühten Platintiegels die auf einem Tarirblech abgewogenen 5 g Zucker in den Tiegel gebracht und das Gesamtgewicht genau ermittelt. Die Masse im Tiegel wurde gut durchgemischt und in einem Dampftrockenschrank nach Schwackhöfer (Bezugsquelle: Stefan Baumann - Wien) im Vacuum getrocknet. Über die möglichst abgekürzte Zeitdauer des Trocknens möchten wir uns nicht eher äussern, als bis wir auch mit dem in neuester Zeit von Soxhlet (S. 363 d. Z.) empfohlenen Trockenapparat gearbeitet haben. Wir beabsichtigen, mit beiden Trockenapparaten vergleichende Versuche anzustellen und bürgt ja der Name Soxhlet dafür, dass mit dem von ihm construirten und, wie wir glauben, schon längere Zeit angewandten Apparat rasche und gute Resultate erzielt werden. Die Wasserbestimmung nach der von uns benutzten Methode ist eine äusserst genaue, und treten bei Doppelbestimmungen in Zuckerproducten besserer Qualität nur Differenzen von wenigen Hundertstel Procenten auf. Der nach dem Trocknen gewogene Rückstand im Platintiegel wurde direct in der Muffel der Veraschung unterzogen. Für die Berechnung des Wassers

Bezeichnung	Bestimmungen der Asche (kohlen sauren Salzen) nach der Sulfatmethode und Berechnung der organischen Bestandtheile durch Differenz.				Bestimmung der anorganischen Bestandtheile nach der Quarzmethode und Berechnung der organischen Bestandtheile durch Differenz.			
	Zucker	Organischer Nichtzucker	Asche	Wasser	Zucker	Organischer Nichtzucker	Anorganischer Nichtzucker	Wasser

A. Erste Producte.

1. A	96,7 96,6—96,7	1,37	0,79 0,79—0,79	1,14 1,14—1,14	96,7	1,65	0,51 0,51—0,51	1,14
2. A	95,6 95,6—95,6	1,97	0,83 0,82—0,84	1,60 1,60—1,60	95,6	2,23	0,57 0,57—0,57	1,60
3. B	96,2 96,2—96,3	1,51	0,87 0,87—0,86	1,42 1,41—1,43	96,2	1,84	0,54 0,54—0,53	1,42
4. B	96,4 96,4—96,4	1,54	0,88 0,88—0,88	1,18 1,17—1,18	96,4	1,81	0,61 0,60—0,61	1,18
5. B	96,1 96,1—96,2	1,46	0,73 0,73—0,72	1,71 1,70—1,72	96,1	1,73	0,46 0,46—0,46	1,71
6. D	95,6 95,5—95,6	1,63	0,87 0,87—0,88	1,90 1,89—1,91	95,6	1,96	0,54 0,53—0,55	1,90
7. D	95,0 95,0—95,0	1,66	1,09 1,09—1,09	2,25 2,24—2,26	95,0	1,96	0,79 0,79—0,79	2,25
8. E	94,0 94,0—94,0	1,97	1,14 1,14—1,14	2,89 2,88—2,90	94,0	2,34	0,77 0,76—0,78	2,89
9. G	96,5 96,5—96,5	1,27	0,65 0,65—0,64	1,58 1,58—1,58	96,5	1,42	0,50 0,50—0,50	1,58
10. G	95,4 95,4—95,4	1,58	0,97 0,96—0,98	2,05 2,04—2,06	95,4	1,84	0,71 0,71—0,71	2,05

B. Nachproducte.

1. A	91,8 91,8—91,8	3,01	2,57 2,56—2,58	2,62 2,62—2,62	91,8	3,58	2,00 1,99—2,01	2,62
2. A	90,0 89,9—90,1	3,84	2,74 2,74—2,74	3,42 3,41—3,43	90,0	4,57	2,01 2,00—2,01	3,42
3. B	90,2 90,2—90,2	3,66	2,68 2,67—2,69	3,46 3,44—3,48	90,2	4,38	1,96 1,96—1,96	3,46
4. B	93,1 93,1—93,1	2,61	2,34 2,34—2,35	1,95 1,95—1,95	93,1	2,99	1,96 1,95—1,96	1,95
5. B	91,8 91,7—91,8	2,56	2,65 2,65—2,65	2,99 2,98—3,00	91,8	3,04	2,17 2,17—2,17	2,99
6. D	93,1 93,1—93,1	2,62	2,23 2,22—2,24	2,05 2,04—2,06	93,1	3,20	1,65 1,64—1,66	2,05
7. D	91,6 91,6—91,6	2,90	2,53 2,51—2,55	2,97 2,97—2,97	91,6	3,43	2,00 2,00—2,00	2,97
8. E	90,8 90,7—90,8	3,17	2,71 2,70—2,72	3,32 3,32—3,32	90,8	3,83	2,05 2,04—2,06	3,32
9. G	90,5 90,5—90,6	3,55	2,74 2,74—2,74	3,21 3,20—3,22	90,5	4,36	1,93 1,92—1,94	3,21
10. G	90,0 90,0—90,0	3,77	3,36 3,34—3,38	2,87 2,87—2,87	90,0	4,43	2,70 2,70—2,70	2,87

C. Melassen.

1. J	49,8 49,8—49,9	17,72	12,17 12,15—12,18	20,31 20,32—20,31	49,8	21,87	8,02 8,06—7,97	20,31
2. G	48,6 48,6—48,6	19,14	10,43 10,42—10,44	21,83 21,82—21,83	48,6	22,98	6,59 6,61—6,57	21,83
3. K	49,4 49,3—49,5	18,47	10,40 10,35—10,44	21,73 21,70—21,75	49,4	22,08	6,79 6,76—6,82	21,73
4. Kr	47,8 47,8—47,8	17,50	10,96 10,94—10,98	23,74 23,81—23,66	47,8	21,34	7,12 7,10—7,13	23,74
5. N	50,7 50,6—50,8	19,45	11,32 11,30—11,34	18,53 18,48—18,58	50,7	23,46	7,31 7,27—7,35	18,53
6. O	48,8 48,8—48,8	22,41	11,73 11,73—11,73	17,06 17,03—17,09	48,8	26,50	7,64 7,64—7,63	17,06
7. P	51,0 50,9—51,1	16,27	9,25 9,27—9,23	23,48 23,53—23,44	51,0	19,79	5,73 5,75—5,70	23,48
8. R	49,0 49,0—49,0	18,09	10,41 10,44—10,38	22,50 22,51—22,49	49,0	21,59	6,91 6,94—6,88	22,50
9. Sch	48,5 48,4—48,6	18,29	12,36 12,36—12,36	20,85 20,83—20,87	48,5	22,51	8,14 8,13—8,15	20,85
10. St	51,6 51,6—51,6	16,05	10,11 10,08—10,13	22,24 22,28—22,21	51,6	19,01	7,15 7,12—7,18	22,24

und der Asche wurde die Annahme von 5 g angewandter Substanz zu Grunde gelegt, selbst wenn die Differenz der Wägungen des Platintiegels ohne und mit Substanz 0 bis 0,002 von dieser Zahl abwichen. Für die Praxis ist dies sicher voll gerechtfertigt.

Bei Melassen wurden etwa 3 g direct inden mit der doppelten Menge Quarz (12 bis 15 g) und Platindraht tarirten Platintiegel gewogen und im Übrigen in gleicher Weise verfahren.

Den Aufstellungen nach beiden Methoden wurden für Zucker und Wasser dieselben Zahlen zu Grunde gelegt.

Nachdem unsere Methode der Bestimmung der anorganischen Bestandtheile in Zuckerproducten eingehenden Prüfungen von anderer Seite unterzogen und erforderlichenfalls verbessert ist, würde dieselbe nach vorangegangenen practischen Versuchen im Raffineriebetriebe vielleicht mit als Basis für eine gerechtere Bewerthung des Zuckers im Handel dienen können, als wie dieselbe nach unserer heutigen Rendementsberechnung erfolgt. Die Verbesserung der jetzt üblichen Bestimmungsmethode des Invertzuckers — dieselbe leidet hauptsächlich an dem Fehler, dass je nach der Menge des vorhandenen organischen Nichtzuckers (Einfluss der Bleiessigfällung) bei durchaus gleichmässiger Arbeitsweise nach den Tabellen, welche nur für Invertzucker neben Raffinade aufgestellt sind, sehr verschiedene Resultate sich ergeben — die genaue und practisch durchführbare Feststellung des Zuckergehaltes unter Ausscheidung der übrigen optisch activen Körper bei einem gewissen Theil der Zuckerproducte ist weiterhin erforderlich.

Neuer Indicator für alkalimetrische Bestimmungen.

Von

Werner Bolton.

Bei den bisherigen Indicatoren für alkalimetrische Bestimmungen bestehen manche Mängel, welche sich vorwiegend auf chemischen Fabriken, wo die Titration auf den Gehalt an Alkali durch dazu angelernte, jugendliche Arbeiter, die sogenannten Titirungen, geschieht, fühlbar machen. Der im Nachfolgenden angegebene Indicator hat auch deshalb weniger für wissenschaftliche Laboratorien, in denen die Arbeiten, sei es von Studirenden in den Laboratorien von Hochschulen, sei es durch schon ausgebildete

Chemiker geschehen, als für die chemische Industrie eine Bedeutung.

Dem Chemiker wird es nicht schwer fallen, die Endreaction beim Titriren scharf zu sehen, es wird für ihn z. B. keine Schwierigkeiten haben, die in alkalischer Lösung gelbe, dann röthliche und schliesslich, bei einem geringen Überschuss an Säure, carmoisinrothe Färbung des Tropäolins zu erkennen und somit die Endreaction zu bestimmen. Dem ist aber nicht so, wenn die Titrationen von ungebildeten, auf den speciellen Fall eingepackten Arbeitern geschehen. Fortwährend wird da übertitirt, die Arbeit muss von Neuem begonnen werden und von dem leitenden Chemiker peinlich überwacht werden. Ich weiss es selber, wie viel Ärger und Verdross einem aus ungenauen Resultaten, die von den Titirungen geliefert werden, erwachsen können, und soll der leitende Chemiker bei den Arbeiten dieser Jungen selbst dabei stehen, sie überwachen und controliren, so werden sie schliesslich ganz entbehrlich, denn ob ich zusehe, wie der Arbeiter titirt oder ob ich selbst titire, ist dann schliesslich einerlei, ich werde aber dadurch von meinen anderweitigen Arbeiten abgehalten, es tritt ein Zeitverlust ein.

Aus diesen Gründen würde es jedenfalls von nicht zu unterschätzender Bedeutung sein, wenn die Titrirarbeiter mit Indicatoren arbeiten würden, welche die Endreaction sehr scharf und ohne allen Übergang anzeigen, bei denen die Erkennung der Endreaction nicht durch den Übergang einer Farbe in eine andere, sondern durch den plötzlichen und unvermittelten Übergang der klaren Flüssigkeit in eine milchige angezeigt würde.

Es ist einem jeden Chemiker bekannt, dass Schwefel aus seiner Auflösung durch Säuren ausgeschieden wird. Auf dieser Erscheinung beruht mein Indicator, den ich im Nachfolgendem beschreibe:

Den Indicator bildet eine concentrirte Auflösung von Schwefelblumen in einem Alkalisulfid. Die Lösung muss concentrirt sein, um keine zu grosse Menge dieser alkalischen Flüssigkeit dem zu titirenden Alkali zuzusetzen und doch eine möglichst grosse Menge gelösten Schwefels in die Lösung zu bringen. Für 250 cc der zu titirenden Alkalilösung genügt es schon, wenn man einen Glasstab mit dem Indicator befeuchtet und diesen in die Lösung bringt. Der durch den alkalischen Indicator grösser gewordene Alkaligehalt der Lösung lässt sich in Betracht der nur sehr geringen zugesetzten Menge, zumal bei Betriebsanalysen, vollkommen vernachlässigen; will man