

Art der Metallcylinder und eine bequeme Berechnung.

Für Schmiedeeisen ergibt sich nach Versuchen von Weinhold¹⁾:

T	1 k Wasserw. u. 1 k Eisen	t - t ₁ 250 g Wasserw. u. 20 g Eisen
400°	49	3,9
500	64	5,1
600	80	6,4
700	98	7,8
800	117	9,4
900	138	11,1
1000	161	12,9

Somit bei 20 g Eisen und 250 g Wasser:

t - t ₁	T	Für je 1/10°
4°	410°	8°
5	490	8
6	570	7
7	640	7
8	710	7
9	780	6
10	840	6
11	900	6

Zeigt das Thermometer vor dem Einwerfen des Metallcylinders t₁°, nachher t°, beträgt somit die Temperaturzunahme t - t₁, so ist die gesuchte Temperatur = T + t. Beträgt z. B. der Wasserwerth des Calorimeters 250 g Wasser, die Temperatur des Wassers t₁ = 12,0°, nach dem Einwerfen des 20 g schweren Eisencylinders t = 20,3°, so ist t - t₁ = 8,3°, entspr. 710° + (3 · 7) = rd. 730°.

Dagegen ergibt sich nach Pionchon (d. Z. 1891, 61) für reines Eisen:

T	1 k Wasserw. u. 1 k Eisen	t - t ₁ 250 g Wasserw. u. 20 g Eisen
400°	62,5	5,0
500	68,5	5,3
600	87,5	7,0
700	111	8,9
800	136	10,9
900	157	12,6
1000	179	14,3

Demnach wesentlich andere Zahlen; diese Abweichungen lassen sich durch die Verunreinigungen des Schmiedeeisens umsoweniger erklären, als nach Osmond (d. Z. 1890, 361) Beimengungen die Erkaltung des Eisens unregelmässiger gestalten, während hier die Zahlen für Schmiedeeisen regelmässiger sind als für reines Eisen. Berücksichtigt man ausserdem die leichte Oxydirbarkeit des Eisens, so erscheint dieses Metall für genaue Bestimmungen wenig geeignet.

Von Platin wird man — des hohen Preises wegen — ebenfalls nur 20 g schwere Cylinder nehmen; der geringeren spec. Wärme wegen ist dann ein kleineres Calorimetergefäss von zus. 120 g Wasserwerth zu empfehlen. Nach Versuchen von Violle (C. r. 85, 543) berechnen sich dann folgende Werthe:

T	1 k Wasserw. 1 k Platin	t - t ₁ 120 g Wasserw. 20 g Platin
400°	13,16	2,19
500	16,60	2,77
600	20,10	3,35
700	23,66	3,94
800	27,28	4,55
900	30,96	5,16
1000	34,70	5,78
1100	38,50	6,42

Demnach bei 20 g Platin und 120 g Wasserwerth:

t - t ₁	T	Für je 1/10 (t - t ₁)
2°	366°	17°
3	540	17
4	710	16
5	874	16
6	1034	16
7	1190	16

Der allgemeinen Anwendung des Platins steht leider der hohe Preis desselben entgegen. Ich verwende daher auch reines Nickel¹⁾, welches sich vor dem Eisen durch Beständigkeit und gleichmässige spec. Wärme auszeichnet. Nach Pionchon ergibt sich:

T	1 k Wasserw. u. 1 k Nickel	t - t ₁ 250 g Wasserw. 20 g Nickel
400°	51	4,08
500	64,5	5,16
600	78	6,24
700	93	7,44
800	108	8,64
900	123,5	9,88
1000	140	11,20
1100	156	12,48
1200	173	13,84

Demnach bei 250 g Wasserw. u. 20 g Nickel:

t - t ₁	T	Für je 1/10 (t - t ₁)
4°	393°	9°
5	486	9
6	580	8
7	663	8
8	747	8
9	830	8
10	910	8
11	985	8
12	1060	8
13	1140	8

[Fortsetzung folgt.]

Hüttenwesen.

Die Hüttenkunde im Jahre 1891. (Schluss von S. 362.)

Walrand (Stahleisen 1891, 825) theilt mit, dass es ihm nunmehr gelungen sei, auch die allerkleinsten Chargen bis herab zu 200 k zu verarbeiten, hält aber sein Verfahren vorläufig noch geheim. Wilmotte (Engl. P. 1891 No. 12165) will die Bessemerbirne durch eine Pfanne ersetzen, in

¹⁾ Vgl. F. Fischer: Chemische Technologie der Brennstoffe (Braunschweig, 1880) S. 61.

¹⁾ Dieselben wurden vom Universitätsmechaniker W. Apel in Göttingen geliefert.

welche durch ein einstellbares Rohr Wind eingeblasen wird. Durfee und Wittman schlagen vor (Am. P. 448944, 448945), die Birnenöffnung durch einen Deckel zu verschliessen und zur Entgasung des Flusseisens ein Vacuum zu erzeugen; in ähnlicher Weise soll auch die Entgasung in der Form vorgenommen werden. Versen (D.R.P. No. 56181) verbesserte seinen Stampfapparat zur Herstellung von Birnenböden. Durfee (Stahleisen 1891, 781) theilt mit, dass die Gjers'schen Durchweichungsgruben eine stets steigende Anwendung finden, besonders in Europa; 1890 wurden sie für rd. 1115000 t Stahlblöcke benutzt. Die Société métallurgique du midi verspricht sich grosse Erfolge davon (Iron 38, 340), dass vor dem Blasen Sand und ein wenig Chromsäure, während des Blasens wiederholt Ammoniumcarbonat in das flüssige Metall eingestreut wird. Daelen (Stahleisen 1891, 94) empfiehlt die auf amerikanischen Werken eingeführte Einschaltung eines Mischers, welcher bei directer Entnahme des Roheisens aus dem Hochofen eine gleichmässige Beschaffenheit der Charge herbeiführt. Becker (D.R.P. No. 55111) will als Birne ein liegendes cylindrisches Gefäss anwenden, welches, auf Rollen ruhend, eine leichte Beweglichkeit besitzen soll. Nach Cabot (Eng. Min. J. 51, 172) bewirkt Schwefel im Roheisen, dass der Stahl Neigung zum Steigen und Kochen hat.

Nachdem es gelungen ist, das Stahlkohlen durch Kohlenstoff fetter zu bewirken (das. 472), was früher vielfach vergeblich versucht worden ist, werden die Einzelheiten des Verfahrens durch eine Anzahl Patente weiter ausgebaut. Der Phönix in Laar (D.R.P. 53784; Z. deutsch. Ing. 1890, 1361; d. Z. 1891, 57) erzielt die Gleichmässigkeit der Kohlenzufuhr durch eine maschinelle Anordnung, Darby (Engl. P. 1891, 6303), der auf dem in Rede stehenden Gebiete bahnbrechend gearbeitet hat, sichert das Untersinken der Kohle im Eisenbade dadurch, dass er sie mit Ferromangan beschwert. Casson (Engl. P. 1890, 16344) übergiesst umgekehrt die Kohle mit dem Flusseisen; Coomes und Hyde wollen Säuren der Milchsäure- und Oxalsäurereihe oder Honig und Zucker verwenden (d. Z. 1891, 176).

Auf das Herdofenschmelzen und die Herdöfen beziehen sich Patente von Rodger (Engl. P. 1890, 12912), der den Ofen der Länge nach theilt, also gewissermaassen den Pietzka'schen Ofen wieder festlegt, Batten (Engl. P. 1890, 13390), der die Wärmespeicher über Tage anlegt, F. Siemens, der

das Gewölbe, um es vom Herde unabhängig zu machen, auf besondere Träger (D.R.P. No. 59930) legt, Schönwälder (d. Z. 1891, 300), der die Regeneratoren nochmals theilt, Dyer (Engl. P. 1890, 20593), der die Ofenbeschickung auf ein Bett von Holzkohle legt, Pszczolka (D.R.P. No. 52848), der das Flusseisen aus dem basischen Ofen unter Zurückhaltung der Schlacke in einem anderen Ofen oder einer Pfanne mit sauren Stoffen behandelt. Es bleibt abzuwarten, in wie weit alle diese Vorschläge praktische Bedeutung gewinnen werden. Beachtung verdient jedenfalls das auch von Schmidhammer (d. Z. 1891, 424) empfohlene Verfahren, nach einander zwei verschiedene Apparate zu benutzen, was in Frankreich in der Weise geschieht (La Métallurgie v. 2. Dec. 1891; Iron 38, 511), dass die Entkohlung hauptsächlich im Converter, die Fertigstellung im Herdofen erfolgt; dadurch verbindet man die Schnelligkeit und Billigkeit des Windfrischens mit der gleichmässigen Güte des Products vom Siemens-Martin-Process. Darby (Engl. P. 1891, 2673) will das entkohlte Product eines basischen Converters oder Herdofens rückkohlen, dann in einem anderen basischen Ofen mit Kalk, Erz u. s. w. behandeln und nöthigenfalls nochmals rückkohlen; im Wesentlichen liegt hierin ein Zurückgreifen auf das vor Jahren von Ellershausen angegebene sinnreiche Verfahren, durch abwechselndes Entkohlen mit Erz und Rückkohlen das Eisen mit Umgehung des Hochofens zu gewinnen, ein Vorschlag, der bei dem jetzigen Stande der Technik in hohem Grade aussichtsreich erscheint. Hibbard (Iron 37, 251) macht auf diejenigen Fehler aufmerksam, welche bei der Anlage von Martinöfen am häufigsten vorkommen. Davis (das. 76) beschreibt den basischen Martinprocess in England. Für die Güte des im basischen Ofen erzielten Martinmetalls bricht Odelstjerna (Stahleisen 1891, 953) eine Lanze.

Für das Cementiren von Eisen sind wieder zahllose Recepte aufgetaucht, deren blosser Aufzählung schon zu viel Ehre wäre, meist Variationen über allbekannte Themata.

Ganz neue Bahnen möchte Emmens (Iron 38, 443) beschreiten, indem er Roheisen durch Elektrolyse verarbeitet, ein im Kleinen bekanntes, im Grossen aussichtsloses Verfahren.

Über Stahlgüsse, ihre Eigenschaften, ihre mechanische Behandlung und die auf sie durch fremde Metalle ausgeübten Einflüsse veröffentlichte Campredon¹⁾ eine

¹⁾ La Métallurgie, Oct. u. Dec. 1891; Iron 38, 384, 39, 27, 49.

zusammenstellende Arbeit. Das gleiche Thema behandelt Mahler (Iron 38, 209) ebenfalls hauptsächlich vom praktischen Standpunkte. Carulla macht darauf aufmerksam (Iron 38, 313), dass beim Stahlschmelzen das Innere der Stücke früher schmelzen kann, als das Äussere.

Die übrigen Metalle. Über die Gewinnung der Edelmetalle schrieb Eissler Compendien, welche hauptsächlich die in Amerika bewährten Methoden behandeln. Interessante Auseinandersetzungen über die zweckmässigste Art der Goldfällung²⁾ brachten amerikanische Blätter, hauptsächlich aus der Feder von Godshall und Langguth; ersterer empfiehlt Schwefeleisen, letzterer Schwefelwasserstoffgas. Bittsanszky's Extractionsverfahren hat in Laske³⁾ einen warmen Vertheidiger gefunden, der aber nichts über das Technische desselben mittheilt; in Kapnik sollen gute Ergebnisse erzielt worden sein. Mehrere andere, ebenfalls angeblich erfolgreiche Neuerungen bei der Chloration werden in ausländischen Blättern gerühmt; Thies (Iron 38, 55) setzt Chlorcalcium und Schwefelsäure zu, Molesworth (Min. J. 61, 949) leitet Stickstoffperoxyd ein, Bohm (d. Z. 1891, 429) versetzt die Laugeflüssigkeit mit Salzsäure und Brom, Loe (Engl. P. 1890, 5937) schlägt beim Rösten Ätzkali zu. Die Laugereien in Aspen, Sombereite, Alaska und Marsac wurden von Morse, Russell, Burfeind und Wilson beschrieben⁴⁾. Nach Aaron (das. 51, 466) wird die oft und unerwarteter Weise eintretende Unwirksamkeit der Hyposulfitlauge durch Zink verschuldet. Stetefeldt (Iron 38, 467) machte Vorschläge zur Verarbeitung der bei der Laugerei erhaltenen Sulfide.

Die Amalgamation am Comstock lode bespricht Hodges (Eng. Min. J. 51, 205). Im Übrigen hat sich die amerikanische Fachpresse weniger mit den technischen Eigenthümlichkeiten dieser berühmten Werke befasst, als mit den geradezu ungeheuerlichen Schwindeleien, die zwar seit vielen Jahren weltbekannt waren, zu deren „Aufdeckung“ aber, wie es scheint, bisher der Muth oder — die Veranlassung gefehlt hat. Noble (das. 52, 213) will die Goldverluste beim Amalgamiren durch Zusatz von Chemikalien bedeutend verringern, hält aber sein Mittel geheim. Hobart (d. Z. 1891, 428), Smuts (D.R.P. 54 140), Fyfe (D.R.P. 59 901)

und das Grusonwerk (D.R.P. 54 140) haben zu dem gleichen Zwecke Änderungen an den Amalgamatoren vorgenommen. Crooks (Engl. P. 1890, 3532) schlägt vor, unter Verwendung von Wechselströmen Cyanquecksilber zuzusetzen; Myers (Am. P. 447 344) gibt vor dem Rösten Salmiak zu, und Gmehling (Österr. Z. Bergh. 1891, 527) machte interessante Mittheilungen über die Höhe der Silberverluste auf den Amalgamirwerken in Bolivia, die insgesamt über 13 Proc. des Eingangs sein sollen.

Louis (Eng. Min. J. 52, 640) und Dawes (das. 335) bringen interessante Beschreibungen der primitiven, aber doch nicht erfolglosen Methoden, nach welchen die Chinesen in Hinterindien und in der Mongolei Gold und Silber gewinnen.

In der Goldscheidung zu San Francisco hat man nach Gutzkow (das. 51, 257) durch Anwendung eines grossen Säureüberschusses beim Lösen des guldischen Silbers erhebliche Vortheile erzielt, insbesondere in Bezug auf den Gesamtverbrauch an Säure; das Verdünnen der Silberlösung geschieht mit Dampf, wodurch das Silbersulfat in zweckmässiger Form von Krystallen ausgefällt wird. Einen ausführlichen Bericht über eine in Mexiko ausgeführte elektrolytische Goldscheidung nach Moebius veröffentlicht Maynard (das. 556). Dode (Engl. P. 1889, 14 357) will die Edelmetalle mit Hülfe von Äther, Lavendelöl u. dergl. trennen.

Roessler und Edelmann (d. Z. 1891, 275) setzten die Mittheilungen über ihre Entsilberungsversuche fort und schlugen die Anwendung von aluminiumhaltigem Zink vor, scheinen aber endgültig befriedigende Ergebnisse im Grossbetriebe ebenso wenig erreicht zu haben wie Honold (d. Z. 1891, 604), der sich weiter bemüht, die Mängel seines Entsilberungsverfahrens zu beseitigen und dieses concurrenzfähig zu machen, anscheinend bisher noch ohne Erfolg, denn seine Patente aus den Jahren 1888 bis 1891 hat er verfallen lassen. Eine elektrolytische Werkblei-Entsilberung mit Ammoniaksalzen als Elektrolyten schlägt Bottome (Am. P. 442 661) vor, wobei das Blei durch Kohlensäure als Carbonat, das Silber metallisch an der Kathode gefällt wird.

Blei. Newhouse (Eng. Min. J. 51, 260) stellt einen Vergleich an zwischen der Staub- und der Schlackenröstung als Vorbereitung zur Schachtofenschmelzerei und findet, dass erstere zwar viel Schwefel im Röstgut zurücklässt, aber geringeren Aufwand an Arbeit und Brennstoff und geringere Metallverluste bedingt. Eine Meinungsverschiedenheit wurde erörtert (Eng. Min. J. 50 S. 744;

²⁾ Eng. Min. J. 50 S. 620, 711; 51 S. 112, 165, 204, 282, 347.

³⁾ Österr. Z. Bergh. 1889, 439; 1890, 595; 1891, 248, 586.

⁴⁾ Eng. Min. J. 51 S. 140, 444, 446; 52 S. 593.

51 S. 651) über die von Henrich aufgeworfene Frage, in wie weit der Brennstoffbedarf im Schachtofen von der Art des Setzens abhängig ist. Henrich bespricht ferner die Zusammensetzung der Bleischlacken und ist der Ansicht, dass auch in diesen die Thonerde als Säure zu betrachten ist. Die alte Thatsache, dass im Bleischachtofen die Koks durch Steinkohle ersetzt werden können, ist in Amerika von Neuem entdeckt worden; nach Neill (das. 52, 100) hat sich dieser Ersatz in Leadville bewährt.

Die elektrolytische Gewinnung des Kupfers aus seinen Erzen nahm in der diesjährigen Literatur einen breiten Raum ein, insbesondere die Eisensulfatlaugerei von Siemens & Halske und die Kupferchloridlaugerei von Höpfner, ohne dass indessen gegenüber früher bereits bekannt Gewesenem wesentlich neue Momente zu Tage getreten wären (d. Z. 1891, 671, 721); es wird in der Hauptsache nur berichtet, dass die praktische Durchführung bedeutsame Fortschritte gemacht hat. Genau das Gleiche gilt auch von den neueren Veröffentlichungen über das Manhès'sche Kupfer-Bessemern (d. Z. 1891, 676); die neuesten, in Spanien (Jerez Lan-teira) benutzten, der Becker'schen Construction ähnlichen Convertoren haben die Gestalt liegender Cylinder und sind auf einem Wagen fahrbar und kippbar, fassen etwa 1 t, arbeiten mit $\frac{1}{2}$ At. Pressung und brauchen 20 bis 40 Minuten zu einer Charge. Gaylord empfiehlt die Anwendung eines Futters aus kieseligem, edelmetallführendem Gestein (Am. P. 443757).

In Bezug auf Kupferschmelzen ist nur ein Vorschlag von Nicholls und James (Eng. Min. J. 53) zu erwähnen, wonach der geröstete Stein u. dgl. mit rohem in solchem Verhältniss gemischt zur Verarbeitung kommt, dass der Sauerstoff des einen mit dem Schwefel des anderen Schwefligsäure bildet; neu ist dieses Verfahren allerdings keineswegs.

Demelius (d. Z. 1891, 177) construirte einen Ofen, in dem das Garmachen mit Hülfe von Petroleum erfolgen soll. Vivian (d. Z. 1890, 494) will Antimon und Arsen durch Behandeln des Kupfers mit Wein-, Essig-, Citronen- oder Oxalsäure entfernen.

May (Iron 38, 511) betont mit Recht, welche grosse Bedeutung für arme Kupfererze eine rationelle Aufbereitung derselben besitzt.

Kirsch berichtet über Untersuchungen (Mitth. Techn. Gewerbe Mus. 261), welche in der Versuchsanstalt für Bau- und Maschinen-Material mit sogen. getempertem

Kupfer ausgeführt worden sind; die chemische Zusammensetzung ist nicht wesentlich verändert, ebenso auch nicht die Zugfestigkeit grösserer Stücke, dagegen zeigten Stücke geringeren Querschnitts recht hohe Zugfestigkeit; die elektrische Leitungsfähigkeit war gross, die Gussfähigkeit gut. Verbindungen des Kupfers mit Magnesium gaben mit Eisen, Nickel und Zink werthvolle Legirungen (Iron 38, 537), die auf einem französischen Werke durch Zusammenschmelzen unter Holzkohle dargestellt werden. Ferner ist zu berichten über heftige Angriffe eines amerikanischen Blattes (Eng. Min. J. 53, 537) auf die mit geschickter Reclame in Scene gesetzten, aber, wie behauptet wird, gänzlich aussichtslosen Elmore'schen Gründungen des bekannten elektrolytischen Röhren-Herstellungs-Verfahrens, bei welchem während der Fällung ein Druck auf den Niederschlag ausgeübt wird.

Zink. Minor (d. Z. 1891, 270) will die Zinkblende durch Glühen mit Dolomit und Auslaugen entschwefeln. Grützner und Köhler haben einen Destillirofen mit stehenden Retorten, sowie einen Flugstaubfänger für die aus den Muffeln entweichenden Dämpfe (d. Z. 1891, 82 und 547) entworfen. Hawel (d. Z. 1891, 521) empfahl eine Änderung der Vorlagen, Köhler (d. Z. 1891, 520) einen rotirenden Cylinder-Muffelofen, Palm (d. Z. 1891, 702) eine verbesserte Entleerung der Muffeln; Simonin (Engl. P. 1890, 3275) will Zink und ebenso auch Antimon durch Verflüchtigung und Auffangung der Oxyde gewinnen; Rabache (Engl. P. 1889, 19501) möchte die Reduction durch Kohlenoxyd bewirken. Krause (d. Z. 1891, 248) hat ein Verfahren zur Verwerthung des Flugstaubes von den Röstöfen auf nassem Wege vorgeschlagen. Nahnsen (d. Z. 1891, 270) gibt an, dass die elektrolytische Zinkgewinnung durch Anwendung niedriger Temperatur erleichtert wird, insbesondere bei geringer Stromdichte. Lange und Kosmann (d. Z. 1891, 429) geben an, dass metallisches Zink und Schwefelsäure sich gleichzeitig gewinnen lassen durch Elektrolyse von Zinksulfatlösungen, welche letztere nach West (Am. P. 444 997) erhalten werden können durch Einleiten der Röstgase in das abgeröstete Erz bei Luftabschluss. Die Eigenschaft des Aluminiums, das Zink vor Oxydation zu bewahren, benutzt Richards (Am. P. 448 802) bei der Reinigung von Zink, insbesondere von Hartzink.

Pelleton (Génie civil 1891, 18, 373; Iron 38, 402) beschreibt das bei Rouen in Anwendung stehende Herrenschildt'sche Verfahren der Kobalt- und Nickelgewin-

nung auf nassem Wege, bei dem das Eisen durch Kupferoxyd, das Kupfer durch Nickeloxydul, das Kobalt durch Nickeloxyd gefällt wird. Garnier (Iron 38, 492) hat sich einen neuen Process der Nickelgewinnung patentiren lassen, wobei das Rohnickel im basischen Ofen mit Kochsalz oder Flussspath verschmolzen wird. Stahl (d. Z. 1891, 548) schlägt vor, arme Kobalterze durch Rösten mit Kochsalz und Schwefelkies zu gute zu machen, wobei Eisen nur in geringem Maasse chlorirt wird (s. a. oben unter Kupfer).

Janda (S. 25 d. Z.) veröffentlichte Untersuchungen über die Essengase auf der Quecksilberhütte zu Idria.

Campion (Engl. P. 1891, 2057) gab ein Verfahren zur Zinnengewinnung aus Schlacken an, die mit Laugerückständen der Alkalifabriken verschmolzen werden sollen.

Um das Wismuth vom Kupfer zu befreien, empfiehlt sich nach Matthey (Chem. N. 63, 30) das Schmelzen mit Natriummonosulfid.

Das Antimon soll nach Schreiber und Knutsen (Engl. P. 1889, 14 235) durch Alkali- oder Erdalkalisulfid ausgezogen werden (s. a. oben unter Zink).

Die Gewinnung des Aluminiums spielte unter den diesjährigen Patenten eine bedeutende Rolle. Berg (d. Z. 1891, 299) hält einen Zusatz von Alkalinitraten oder -sulfiden bei der heissflüssigen Elektrolyse für förderlich. Nach Rietz und Herold (d. Z. 1891, 493) kann Aluminium (und Magnesium) aus den Lösungen in organischen Säuren bei Zusatz von Stärke, Gummi oder Zucker elektrolytisch gewonnen werden. Diehl (d. Z. 1891, 675) will zunächst elektrolytisch eine mindestens 70proc. Eisenlegirung herstellen und diese durch Erhitzen oder Behandeln mit Schwefel zerlegen. Ein von Meyer (d. Z. 1891, 701) angegebenes Verfahren ist kaum ernst zu nehmen. Die bei der Elektrolyse vorkommenden Reactionen wurden von Bucherer (Eng. Min. J. 51, 651) erörtert. Bessemer (Eng. P. 1890, 12 033) befördert die Reduction durch Druck, die Great Western Aluminium Co. (d. Z. 1891, 521) will die Reduction von Fluorverbindungen bewirken durch eine Verbindung von Silicium oder Bor mit Schwefel, Stickstoff, Wasserstoff oder Kohlenwasserstoff. Oldruitenborgh (d. Z. 1891, 428) gab ein Verfahren an zur Gewinnung von Aluminium mit Hülfe von Zink. Einen Ofen zum Reduciren construirte Brogowski (d. Z. 1891, 699). Andere Patente von White (Engl. P. 1890, 859), Wohle (Engl. P. 1890, 9257), Diehl (d. Z. 1891,

676) beschäftigen sich mit der Gewinnung der erforderlichen Zwischenproducte.

Ein englisches Fachblatt (Iron 38, 362) erörtert die besten Methoden des Schmelzens von Aluminium und gibt an, dass geringe Mengen in Thontiegeln geschmolzen werden können, ohne spröde zu werden oder Silicium aufzunehmen, wenn nur die Schmelztemperatur nicht wesentlich überschritten ist.

Zum Schlusse sei noch eine wichtige Entdeckung Langley's¹⁾ erwähnt; dieser fand¹⁾, dass das Aluminium durch einen Zusatz von $\frac{1}{2}$ bis 10 Proc. Titan werthvolle Eigenschaften, insbesondere grössere Festigkeit gewinnt und gab an, dass diese Legirungen darzustellen sind durch Schmelzen von Fluor-Aluminium-Natrium mit Titanoxyd und darauffolgenden Zusatz von metallischem Aluminium. Die stets ihr Gebiet erweiternde Hüttenkunde hat somit wieder ein bisher wenig beachtetes Metall in ihren Bereich zu ziehen gewusst.

B. Rösing.

Zur Bestimmung des Schwefels in Schwefelmetallen werden dieselben nach P. Jannasch und V. Wasowicz (J. pr. Ch. 45 S. 94 u. 103) im Sauerstoffstrom erhitzt und die Dämpfe in Wasserstoffsperoxyd geleitet; die gebildete Schwefelsäure wird mit $\frac{1}{10}$ Normalalkali titirt (vgl. d. Z. 1890, 574).

Bleiglanz wird erst im Sauerstoff-, dann im ammoniumcarbonathaltigen Luftstrom geglüht, die Dämpfe werden in Wasserstoffsperoxyd geleitet. Nach einem anderen Verfahren wird Bleiglanz mit Salpetersäure zersetzt, in Natronlauge gelöst und das Blei durch Brom als Hyperoxyd gefällt. Oder aber das Blei wird durch Wasserstoffsperoxyd in ammoniakalischer Lösung gefällt.

Nach einem fernerer Verfahren wird über Bleiglanz Bromdampf geleitet und erwärmt, das erhaltene Bleibromid durch Chlorwasser in Chlorid übergeführt und dann als Sulfat gefällt.

Zur Bestimmung des Aluminiums im Stahl werden nach W. Schöneis (Stahleisen 1892, gef. eing. Sonderabdr.) 5 bis 10 g Bohrspäne mit Salpetersäure von 1,2 spec. G. behandelt, nach dem Lösen zur Trockne verdampft, der Rückstand vorsichtig erhitzt und bis zur vollständigen Entfernung der salpetrigsauren Dämpfe geglüht. Die erhaltenen Oxyde werden im Achatmörser fein gerieben, alsdann in einer Silberschale mit thonerdefreiem festen Kalihydrat geschmolzen und geglüht. Nach dem Erkalten wird die Schmelze mit heissem Wasser behandelt, fil-

¹⁾ Am. P. 451 405, 451 406; Iron 38, 274; Eng. Min. J. 52, 261.

trirt und ausgewaschen. Das Filtrat wird mit Salzsäure angesäuert und mit Ammoniak, wie üblich, die Thonerde gefällt, welche als solche gewogen wird. Bei basischem Martinstahl erhält man die Thonerde frei von Kieselsäure, wogegen die aus saurem Martinstahl, Tiegelstahl und Ferroaluminium erhaltene mit Kieselsäure verunreinigt ist. In diesem Falle wird die im Platintiegel gewogene Thonerde mit reiner Flusssäure versetzt, auf dem Wasserbade eingedampft und gegläht, wobei die Kieselsäure als Kieselfluorwasserstoffsäure entweicht. (Vgl. d. Z. 1891, 442.)

Kupolofen. Nach H. Briehl (D.R.P. No. 61537) wird in der Höhe der unteren Formen des Kupolofens ein Korb aus schmiedeisernen Rundstäben *a* (Fig. 192), welche

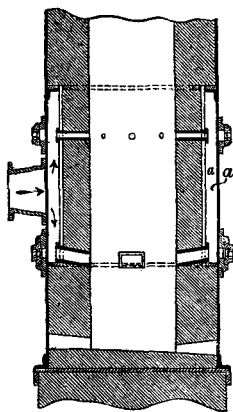


Fig. 192.

unten und oben in gusseiserne Ringplatten lose eingesetzt sind, so gestellt, dass hinter demselben ein der Grösse des Ofens entsprechender freier Raum für einen zu bildenden Windmantel bleibt. Vor diesem Korb wird nun die feuerfeste Mauerung aufgeführt.

Arme Zink- und Bleierze werden nach C. Höpfner (D.R.P. No. 62946) gemahlen und in einem Rührwerk behandelt mit einer Alkalilösung, die das ZnO und PbO löst. Diese Lösung wird durch Zinkstaub gereinigt und fliesst alsdann in beständigem Strom von möglichst gleichbleibender Concentration zu den Kathoden eines elektrolytischen Bades oder einer Reihe solcher Bäder, in denen die Kathoden von den Anoden durch eine geeignete Membrane getrennt sind. An den Kathoden wird das Zink metallisch gefällt.

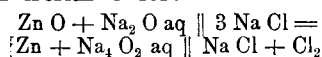
Zur gleichzeitigen Gewinnung von einem oder mehreren Nebenproducten befindet sich an den elektrolytisch unlöslichen oder schwer löslichen Anoden eine Chloridlösung, welche jedoch auch Alkalichloride enthalten muss,

wie z. B. Carnallitlaugen oder die Endlaugen des Ammoniaksodaprocesses. Durch den elektrischen Strom wird sodann der Alkaligehalt an den Kathoden vermehrt, während gleichzeitig an den Anoden eine Bildung von freiem Chlor, sowie in Folge der von den Kathoden ausgehenden Diffusion von Alkali oder Alkalicarbonat Chlorsauerstoffverbindungen auftreten. Das freie Chlor wird aufgefangen und beliebig verworther.

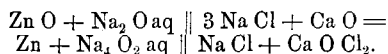
Dem schon von Ch. Watt 1851 gegebenen Beispiele entsprechend kann jedoch das Auftreten von freiem Chlor an den Anoden auch ganz vermieden und statt dessen durch Zuführen von alkalischen Erden zur Anode Chlorsauerstoffsaltz, insonderheit Chlorat, gebildet werden. Solche Chloratbildung erfolgt schnell bei höherer Temperatur, bei niedriger Temperatur und vollständig nur dann, wenn stets ein geringer Überschuss von freiem Chlor in der betr. Lösung vorhanden ist. Die Chloratlösung fliesst aus dem Bade ab und wird in bekannter Weise auf Kaliumchlorat verarbeitet.

Statt alkalische Erden zur Anode zu führen, verwendet man gerösteten Galmei, weil alsdann das nach bekannter Reaction entstehende Chlorzink einer Verwerthung fähig ist. Enthält der Galmei jedoch viel erdige Bestandtheile, welche die Anodenzellen verunreinigen könnten, so ist vorzuziehen, durch freies Chlor aus denselben zunächst unterchlorigsaure Salze zu bilden und sodann diese elektrolytisch zu Chlorat zu oxydiren.

Der elektrochemische Vorgang bei vorliegendem Verfahren soll sein bei Entwicklung von freiem Chlor:



oder, bei Entwicklung von unterchlorigsaurem Kalk:



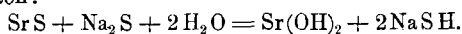
Unorganische Stoffe.

Kryoskopisches Verhalten schwacher Schwefelsäure. Nach S. U. Pickering (Ber. deutsch. G. 1892 S. 1099) beträgt die Gefrierpunktserniedrigung für 1,7957 proc. Schwefelsäure 0,7186°.

Salzabdampfpfannen. Zum Heraus-schaffen des abgeschiedenen Salzes aus den Abdampfpfannen benutzt R. C. Wilson (D.R.P. No. 61719) ein am Boden der Pfanne angebrachtes, durch die ganze Breite derselben sich ausdehnendes Schabeisen, welches durch Seile mit einer Welle und

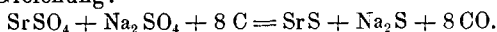
Kurbel so verbunden ist, dass es in der Pfanne vor- und rückwärts bewegt werden kann. Beim Vorwärtsbewegen schiebt das Eisen das ausgeschiedene Salz durch eine schlitzförmige Öffnung aus dem Abdampf-raum heraus, um durch Drehen der Kurbel in entgegengesetzter Richtung auf seinen früheren Platz zurückzukehren.

Zur Herstellung von Kalium- und Natriumhydrat und -Carbonat verwendet F. Eichstädt (D.R.P. No. 63 164) die Hydrate der alkalischen Erden, besonders Strontiumhydrat, welches gewonnen wird nach:



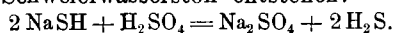
Das Strontiumhydrat scheidet sich aus, während das leicht lösliche Natriumsulfhydrat in Lösung bleibt.

Man mischt gleiche Moleküle Strontiumsulfat und in gewöhnlicher Weise dargestelltes Natriumsulfat mit einander und mit etwa $\frac{1}{4}$ des Gesamtgewichts der Mischung möglichst fein vertheilter und reiner Steinkohle. Die Mischung wird zur starken Rothglut in einem Reductionsofen erhitzt. Die schwefelsauren Salze werden dabei zu Schwefelmetallen reducirt nach folgender Gleichung:



Die aus dem Ofen herausgenommene, mehr oder weniger zusammengeschmolzene Masse wird in Wasser von 100° gelöst. Nach dem Erkalten der Lösung scheidet sich alles Strontium als gut krystallisirtes Strontiumhydrat aus, während alles Natrium als Natriumsulfhydrat in Lösung bleibt. Ist die Lösung auch nur einigermaassen concentrirt, so enthält sie nach dem Erkalten nur noch Spuren von Strontiumhydrat. Das Strontiumhydrat wird möglichst vollständig von der Mutterlauge befreit und, wenn erforderlich, durch Umkrystallisiren gereinigt.

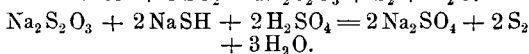
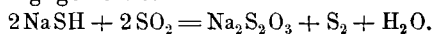
Man zerlegt das Natriumsulfhydrat mit Schwefelsäure, wobei schwefelsaures Salz und Schwefelwasserstoff entstehen:



Aus dem entweichenden Schwefelwasserstoff kann nun der Schwefel in bekannter Weise entweder als freier Schwefel oder als Schwefelsäure wiedergewonnen werden.

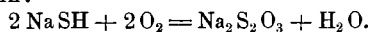
Oder man führt durch Einleiten von Schwefligsäure in die Natriumsulfhydratlösung diese erst in ein solches Gemisch von unterschwefligsaurem Natron und unverändertem Natriumsulfhydrat über, dass das Gemisch beim Zusatz von Schwefelsäure ohne Gasentwicklung und bei gleichzeitiger Fällung alles in der Lösung enthaltenen Schwefels in schwefelsaures Salz umgewandelt wird.

Dieses ist erreicht, wenn die Hälfte des Natriumsulfhydrats in unterschwefligsaures Salz verwandelt worden ist. Hierauf wird die Lösung mit Schwefelsäure zersetzt und der dabei ausgeschiedene Schwefel von der Lösung getrennt:



Man gewinnt also sämtlichen Schwefel der Lösung, sowohl denjenigen, welcher ursprünglich in ihr enthalten war, wie auch den, der als Schwefligsäure zugeführt wurde.

Man kann auch das Natriumsulfhydrat ohne Anwendung von Schwefligsäure nur durch Oxydation mit dem Sauerstoff der Luft in unterschwefligsaures Natron verwandeln:



Man oxydirt das Natriumsulfhydrat mittels Luft, bis sich ein passendes Gemenge von unterschwefligsaurem Natron und unverändertem Sulfhydrat gebildet, und zersetzt nachher in obiger Weise mit Schwefelsäure. Die Oxydation mit Luft erfordert aber lange Zeit.

Die erhaltene Lösung von schwefelsaurem Natron wird mit Strontiumhydrat zersetzt. Es entstehen schwefelsaures Strontium, welches als krystallinischer schwerer Niederschlag zu Boden sinkt, und Natriumhydrat, welches in Lösung bleibt. Die Reaction geht leicht und vollständig vor sich und braucht nicht näher erörtert zu werden. War das Strontiumhydrat vollständig von Mutterlauge befreit, so erhält man reine Natronlauge. Wurde die Mutterlauge dagegen nicht vollständig entfernt, so enthält die Lösung etwas Schwefelnatrium. Die Natronlauge wird in gewöhnlicher Weise eingedampft und schliesslich geschmolzen, wobei sie, wenn nöthig, durch Oxydation mit Salpeter gereinigt wird. Das schwefelsaure Strontium wird ausgewaschen und auf's Neue mit Natriumsulfat und Kohle vermischt, um den oben beschriebenen Process behufs Darstellung neuer Mengen von Natriumhydrat auf's Neue durchzumachen.

Aus der erhaltenen Natronlauge kann Soda durch Einleiten der aus den verschiedenen Öfen entweichenden Verbrennungsproducte erhalten werden.

Will man kaustisches und kohlenaures Kali statt entsprechender Natriumverbindungen darstellen, so verfährt man in gleicher Weise, nur mit dem selbstverständlichen Unterschied, dass man bei Beginn des Processes das Strontiumsulfat mit Kaliumsulfat statt mit Natriumsulfat vermischt.

Organische Verbindungen.

Camphen und Camphersäure untersuchte eingehend O. Wallach (Ber. deutsch. G. 1892 S. 916).

Phenol und Pyridin wurden von Rosenthal im Braunkohlentheer aufgefunden; technische Gewinnung dieses Phenols ist nicht lohnend (Jahresb. d. Techniker-Ver. d. sächsisch-thür. Mineralöland. für 1890/91).

Sauerstoffhaltige Bestandtheile einiger ätherischer Öle untersuchten F. W. Semmler und F. Tiemann (Ber. deutsch. G. 1891 S. 1180); sie fanden, dass der specifische Geruch mancher ätherischer Öle durchaus nicht allein von den darin vorhandenen Terpenen oder den in nächster Beziehung dazu stehenden Campherarten bedingt wird, sondern dass in gewissen ätherischen Ölen auch Alkohole, Ester, Aldehyde, und Ketone der aliphatischen Reihe auftreten, welche den Geruch dieser Essenzen wesentlich beeinflussen.

Das rechtsdrehende Terpen aus den Nadeln der sibirischen Ceder ist nach F. Flawitzky (J. pr. Ch. 45 S. 115) $C_{10}H_{16}$. Die Terpene des Öles aus dem Tannenharze untersuchte B. Kuriloff (das. S. 123).

Paracotorinde enthält nach G. Ciamician und P. Silber (Ber. deutsch. G. 1892 S. 1119) Paracotoïn, $C_{19}H_{12}O_6$, Leucotin, $C_{34}H_{32}O_{10}$, Oxyleucotin, $C_{24}H_{32}O_{12}$, Dibenzoylhydrocoton, $C_{32}H_{32}O_8$, Hydrocotoïn, $C_{15}H_{14}O_4$, Methylhydrocotoïn, $C_{16}H_{16}O_4$, Protocotoïn, $C_{16}H_{14}O_6$, und Methylprotocotoïn, $C_{17}H_{16}O_6$.

Zur Darstellung von lockerem Chininsulfat mischt P. Carles (Bull. chim. 7 S. 108) 1 l der heiss gesättigten Lösung mit 4 g krystallisiertem Ammoniumsulfat; letzteres bleibt gelöst.

Gewinnung von Glycerin aus glycerinhaltigen Flüssigkeiten. Nach C. Heckmann (D.R.P. No. 61547) wird in die, das Rohglycerin enthaltende Destillirblase *A* (Fig. 193) überhitzter Dampf von etwa 200 bis 300° eingeleitet. Die Glycerinflüssigkeit kann dabei eine Temperatur von etwa 130 bis 180° haben. Eine Erwärmung der Destillirblase durch directe Feuerung ist unnöthig. Wenn das Rohglycerin aus sehr stark schäumenden Rohstoffen hergestellt war, so kann man in dem Destillirgefäss eine Vorrichtung zum Niederschlagen des Schaumes, etwa nach

dem D.R.P. No. 51701 (d. Z. 1890, 338), anordnen.

Aus der Destillirblase *A* treten die glycerinhaltigen Dämpfe durch ein Rohr *B* in ein Sammelgefäss *C*, welches mit einer Dampfheizvorrichtung, wie etwa bei *D*, ausgestattet ist, um das Sammelgefäss auf einer bei etwa 80° liegenden Temperatur zu erhalten, damit in dem condensirten Glycerin etwa enthaltenes Wasser wieder verdampft. Die Dämpfe steigen durch eine Anzahl von Abtheilungen *E*, welche über dem Sammelbehälter *C* angeordnet und mit Dampf-durchtrittsstutzen *F*, Glocken *G* und Überlaufrohren *H* ausgestattet sind, und müssen so die sich in den Abtheilungen ansammelnde Glycerinflüssigkeit durchströmen. Hierdurch wird in den einzelnen Abtheilungen die condensirte Flüssigkeit um so glycerinreicher, je näher dieselben nach dem Sammelgefäss *C* hin liegen, so dass die Dämpfe zuerst die glycerinreichste und weiterhin immer glycerinärmere Schichten durchdringen und allmählich ihres Glycerin-gehaltes beraubt werden, während der Wasserdampf weiter entweicht und in eine darüber angeordnete Kühlvorrichtung *J* gelangt, welche durch Luft, Gas oder Flüssigkeit bez. Wasser von einer 80° nicht übersteigenden Temperatur gekühlt wird.

Hierdurch wird nur ein verhältnissmässig geringer Theil des Dampfes mit dem letzten Rest von Glycerin verflüssigt und in die darunter befindlichen Abtheilungen *E* zurückgeführt, wo er die Schichten von Glycerinflüssigkeit erzeugt, durch welche die Dämpfe hindurchstreichen. Um die Condensation der letzten etwa im Dampf enthaltenen Glycerinreste noch zu befördern, kann man die Kühlvorrichtung noch mit einer weiteren Condensationsvorrichtung *K* verbinden, aus welcher durch einen Ablauf *L* die etwa noch weiterhin condensirten Antheile nach den Abtheilungen *E* geführt werden.

Die nunmehr von Glycerin vollkommen freien Dämpfe werden in einem folgenden Kühler *M* vermittels Wasserkühlung völlig verdichtet. Dieses verflüssigte Wasser gelangt durch eine Probirvorrichtung *N*, mittels welcher geprüft werden kann, ob die Glycerinverflüssigung richtig geführt worden ist, in Sammelgefässe *O*. Diese stehen mit einer stark wirkenden Luftpumpe in Verbindung, so dass in dem gesamten Apparat eine Luftdruckverminderung erzeugt wird, welche es ermöglicht, die Destillation des Glycerins in der Destillirblase bei verhältnissmässig niedriger Temperatur vor sich gehen zu lassen. Mit Hülfe des vorstehend

beschriebenen Verfahrens erzielt man ein Glycerin von 95 bis 100 Proc., anstatt bisher höchstens 30 Proc. Glyceringehalt; die zur Destillation benutzten Dämpfe werden von Glycerin vollkommen befreit, und ausserdem wird die directe Heizung der Destillirblase und eine zu hohe Erhitzung vermieden.

dung des Vanillins, der m-Methyläther des Protocatechualdehyds:

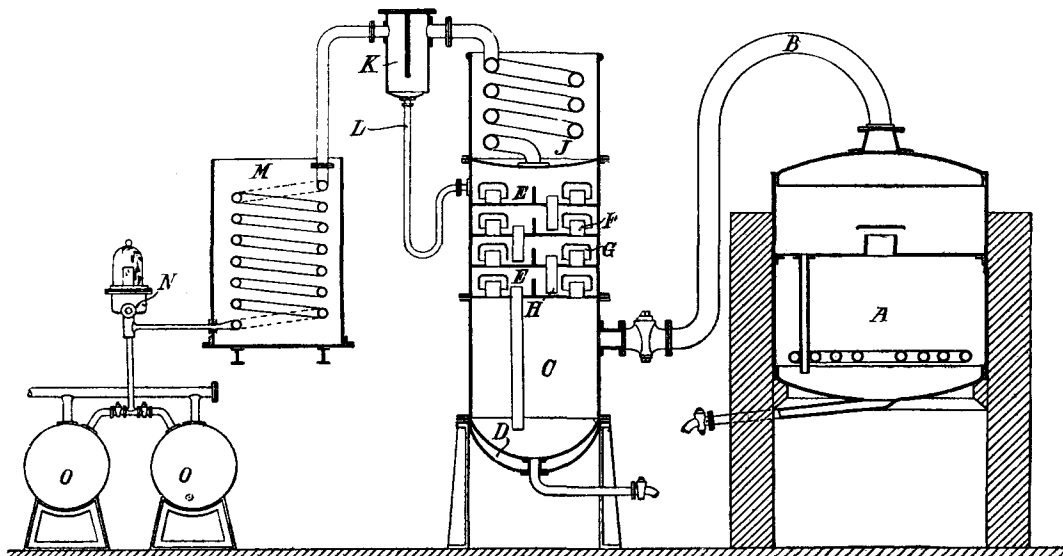
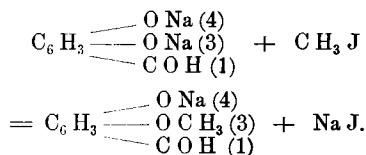


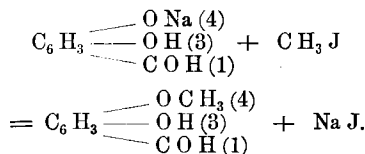
Fig. 193.

Zur Darstellung von Tetraalkyldiamidodioxypheylmethan werden nach A. Leonhardt & Cp. (D.R.P. No. 63081) 14 k Dimethyl-m-amidophenol oder 16 k Diäthyl-m-amidophenol in 1 hl Wasser und 11 l concentrirter Salzsäure gelöst und die Lösung kalt mit 3,8 k einer 40 proc. Formaldehydlösung versetzt. Wenn nach längerem Stehen der Aldehydgeruch verschwunden ist, fällt man das gebildete Tetramethyl- oder Tetraäthylamidodioxypheylmethan mit Soda aus.

14 k Dimethyl-m-amidophenol oder 16 k Diäthyl-m-amidophenol werden in 12 k Lauge von 33 Proc. und 1 hl Wasser gelöst und die kalte Lösung mit 3,8 k einer 40 proc. Formaldehydlösung versetzt. Wenn nach längerem Stehen der Aldehydgeruch verschwunden ist, fällt man mit Essigsäure das gebildete Tetramethyl- oder Tetraäthylamidodioxypheylmethan aus; dasselbe wird zur Reinigung noch aus verdünntem Spiritus umkrystallisirt.

Vanillin und Isovanillin. Nach J. Bertram (D.R.P. No. 63 007) entsteht bei Einwirkung molecularer Mengen der Halogenverbindungen des Methyls oder der methylschwefelsauren Salze auf die Dimetallsalze des Protocatechualdehyds die Natriumverbin-

Durch Einwirkung derselben Methylverbindungen auf die Monometallsalze des Protocatechualdehyds wird dagegen der p-Methyläther, das Isovanillin, gebildet:



Beide isomeren Aldehyde können auch aus den Acetylverbindungen des Protocatechualdehyds gewonnen werden.

Lässt man Natriummethylat auf Monoacetprotocatechualdehyd wirken, so entsteht Vanillin, bei Anwendung des Diacetprotocatechualdehyds wird dagegen Acetisovanillin gebildet, eine Verbindung, welche durch Erhitzen mit verdünnter Kalilauge in Isovanillin übergeführt werden kann.

4,2 k Protocatechualdehyd und 3,4 k Kaliumhydrat werden in 20 k Alkohol gelöst; zur Lösung fügt man 4,3 k Jodmethyl hinzu und erhitzt entweder unter Anwendung eines Rückflusskühlers im Wasserbad 4 Stunden lang auf 80° bis 90° oder unter Benutzung eines Autoclaven 2 Stunden auf 100°. Man destillirt alsdann den Alkohol ab, löst den Rückstand in 20 k Wasser, filtrirt, neutralisirt das Filtrat mit verdünnter Schwefelsäure

und entzieht demselben die Aldehyde durch Ausschütteln mit Äther. Nach dem Abdestilliren des Äthers hinterbleibt ein Gemenge von Vanillin und unverändertem Protocatechualdehyd, welches man durch Auskochen mit Chloroform, in welchem nur das Vanillin löslich ist, trennt. Das nach dem Verdampfen des Chloroforms erhaltene rohe Vanillin wird durch Destillation im luftverdünnten Raum (Siedepunkt bei 15 mm Druck 170°, Schmelzpunkt 81,5°) und Umkrystallisiren des Destillats aus Wasser gereinigt.

Anstatt der genannten 4,3 k Jodmethyl kann man auch 2,9 k Brommethyl oder 5 k methylschwefelsaures Kalium, letzteres gelöst in 10 k Wasser, zur Anwendung bringen.

Die Einwirkung der methylschwefelsauren Salze kann man auch in wässrigen Lösungen vornehmen, nur bedarf es alsdann einer höheren Temperatur, z. B. 4,2 k Protocatechualdehyd werden in 30 k heissem Wasser gelöst und mit einer concentrirten, siedend heissen Lösung von 9,5 k Barythydrat gemischt; man trennt den entstandenen gelblichen Niederschlag von Protocatechualdehydbaryum mittels Filterpresse von dem grössten Theil der wässrigen Flüssigkeit, mischt denselben alsdann mit 21,5 k einer 25 proc. Lösung von methylschwefelsaurem Baryt, bringt das Ganze in einen Autoclaven und erhitzt 3 bis 4 Stunden auf 150°. Man versetzt dann den Inhalt des Autoclaven mit verdünnter Schwefelsäure bis zur schwachsauren Reaction, filtrirt die siedend heisse Flüssigkeit durch einen Spitzbeutel und entzieht dem abgekühlten Filtrat die Aldehyde mittels Äther. Die weitere Reinigung erfolgt in der oben angeführten Weise.

Farbstoffe.

Neue Zwischenproducte der Indulinschmelze von Dahl & Co. (D.R.P. No. 62 974).

Patent-Anspruch: Verfahren zur Darstellung indulinartiger Farbstoffe, darin bestehend, dass man an Stelle des im Hauptpatente (60 426; d. Z. 1891, 726) verwendeten Anilins 1 Mol. o- und p-Toluidin, m-Xylidin und α -Naphthylamin mit 1 Mol. Amidoazobenzol bei Gegenwart von $\frac{1}{2}$ Mol. oder 1 Mol. Salzsäure bei Temperaturen von 90 bis 130° verschmilzt, bis kein Amidoazobenzol mehr nachzuweisen ist.

Blauen substantiven Baumwollfarbstoff erhält die Badische Anilin- und Sodafabrik (D.R.P. No. 63 074) mittels Benzoyl-1.8-oxynaphthylaminsulfosäure.

Patent-Anspruch: Verfahren zur Darstellung eines blauen, substantiven Baumwollfarbstoffs, darin bestehend, dass man die im Anspruch des Patentes

No. 54 662 (d. Z. 1891, 61) genannten Tetrazoverbindungen der Carboxyl- und Sulfoxylderivate des Diamidodiphenyls durch diejenige des Diamidodiphenyls selbst und die Benzoylverbindung der im Patent No. 54 662 näher charakterisirten 1.8-Amidonaphtolmonosulfosäure durch die Benzoylverbindung derjenigen 1.8-Amidonaphtolmonosulfosäure (1.8-Oxynaphthylaminmonosulfosäure) ersetzt, welche durch Verschmelzen der Naphthylamindisulfosäure S (Patent No. 40 571) mit Ätzalkalien bei Temperaturen von 200 bis 230° entsteht.

Verschiedenes.

Zum Zuckersteuergesetz. Der Bundesrath hat am 7. April d. J. (bekanntgem. am 30. Apr.) bez. Ausführungsbestimmungen zu dem Zuckersteuergesetz vom 31. Mai 1891 genehmigt. Hier mögen nur die bez. Anlagen folgen, soweit sie die vorgeschriebenen Untersuchungsverfahren betreffen.

Anlage A.

Anleitung für die Steuerstellen zur Untersuchung der Zuckerabläufe auf Invertzuckergehalt und zur Feststellung des Quotienten der weniger als 2 Proc. Invertzucker enthaltenden Zuckerabläufe.

1. Untersuchung der Zuckerabläufe auf Invertzuckergehalt.

In einer tarirten Porzellanschale werden genau 10 g des zuvor durch Anwärmen dünnflüssig gemachten Ablaufs abgewogen und durch Zusatz von etwa 50 cc warmem Wasser, sowie durch Umrühren mit einem Glasstabe in Lösung gebracht. Die Lösung bedarf, auch wenn sie getrübt erscheinen sollte, in der Regel einer Filtration nicht. Man bringt sie in eine sogenannte Erlenmeyer'sche Kochflasche von etwa 200 cc Rauminhalt oder eine entsprechend grosse Porzellanschale und fügt 50 cc Fehling'sche Lösung hinzu.

Die Fehling'sche Lösung erhält man durch Zusammengiessen gleicher Theile von Kupfervitriollösung (34,639 g reiner krystallisirter Kupfervitriol in 500 cc Wasser gelöst) und Seignettesalz-Natronlauge (173 g krystallisirtes Seignettesalz in 400 cc Wasser gelöst; die Lösung vermischt mit 100 cc einer Natronlauge, welche 500 g Natronhydrat im Liter enthält). Beide Flüssigkeiten, welche fertig von einer Chemikalienhandlung zu beziehen sind, müssen getrennt aufbewahrt werden; von jeder derselben sind 25 cc mittels besonderer Pipette zu entnehmen und der Lösung des Zuckerablaufs unter Umschütteln zuzusetzen. Soll eine grössere Zahl von Untersuchungen nach einander stattfinden, so dürfen beide Bestandtheile der Fehling'schen Lösung in entsprechender Menge mit einander vermischt werden; doch ist die Verwendung der Mischung nur innerhalb 3 Tagen zulässig, weil sie bei längerem Stehen zur Analyse untauglich wird.

Die mit der Fehling'schen Lösung versetzte Flüssigkeit wird im Kochkolben auf ein durch einen Dreifuss getragenes Drahtnetz gestellt, welches sich über einem Bunsenbrenner oder einer guten Spirituslampe befindet, aufgeköcht und zwei

Minuten im Sieden erhalten. Die Zeit des Siedens darf nicht abgekürzt werden.

Hierauf entfernt man den Brenner beziehungsweise die Lampe, wartet einige Minuten, bis ein in der Flüssigkeit entstandener Niederschlag sich abgesetzt hat, hält den Kolben gegen das Licht und beobachtet, ob die Flüssigkeit noch blau gefärbt ist. Ist noch Kupfer in der Lösung vorhanden, was durch die blaue Farbe angezeigt wird, so enthält die Lösung weniger als 2 Proc. Invertzucker.

Die Färbung erkennt man deutlicher, wenn man ein Blatt weisses Schreibpapier hinter den Kolben hält und die Flüssigkeit im auffallenden Lichte beobachtet.

Sollte die Flüssigkeit nach dem Kochen gelbgrün oder bräunlich erscheinen, so liegt die Möglichkeit vor, dass noch unzersetzte Kupferlösung vorhanden ist und die blaue Farbe derselben nur durch die gelbbraune Farbe des Ablaufs verdeckt wird. In solchen Fällen ist wie folgt zu verfahren:

Man fertigt aus gutem, dickem Filtrirpapier ein kleines Filter, feuchtet es mit etwas Wasser an und setzt es in einen Glastrichter ein, wobei es am Rande des Trichters gut festgedrückt wird. Der letztere wird auf ein Reagensgläschen gesetzt. Hierauf filtrirt man etwa 10 cc der gekochten Flüssigkeit durch das Filter und setzt dem Filtrat ungefähr die gleiche Menge Essigsäure und einen oder zwei Tropfen einer wässerigen Lösung von gelbem Blutlaugensalz hinzu. Entsteht hierbei eine intensiv rothe Färbung des Filtrats, so ist noch Kupfer in der Lösung und somit erwiesen, dass der Zuckerablauf weniger als 2 Proc. Zucker enthält.

2. Feststellung des Quotienten der weniger als 2 Proc. Invertzucker enthaltenden Zuckerabläufe.

Als Quotient gilt nach § 1 Absatz 2 der Ausführungsbestimmungen derjenige Procentsatz des Zuckergehalts des betreffenden Ablaufs, welcher sich auf Grund der Polarisation und des specifischen Gewichts nach Brix berechnet.

a) Ermittlung des specifischen Gewichts nach Brix.

In einem tarirten Becherglase werden 200 bis 300 g des zu untersuchenden Zuckerablaufs abgewogen. Man fügt alsdann 100 bis 200 cc heisses destillirtes Wasser hinzu, rührt mit einem Glasstabe solange vorsichtig (um das Glas nicht zu zerstoßen) um, bis der Ablauf sich vollständig im Wasser gelöst hat, und stellt das Becherglas in kaltes Wasser, bis der Inhalt ungefähr Zimmertemperatur angenommen hat. Hierauf stellt man das Becherglas wiederum auf die Waage und setzt aus einer Spritzflasche vorsichtig noch soviel Wasser hinzu, dass das Gewicht des im Ganzen hinzugesetzten Wassers gleich demjenigen der verwendeten Menge des Zuckerablaufs ist. Waren beispielsweise 251 g Zuckerablauf zur Untersuchung abgewogen worden, so ist so lange Wasser hinzuzusetzen, bis die Flüssigkeit 502 g wiegt. Nach dem Hinzufügen des Wassers rührt man die Flüssigkeit nochmals um und füllt damit den zur Vornahme der Spindelung bestimmten Glascylinder soweit, dass die Flüssigkeit durch das Einsenken der Brix'schen Spindel nicht ganz bis zum oberen

Rande steigt. Der Cylinder muss senkrecht aufgestellt werden, so dass die Spindel frei in der Flüssigkeit schwimmen kann, ohne seine Wandung zu berühren. Man senkt die Spindel langsam in die Flüssigkeit ein und achtet dabei darauf, dass derjenige Theil des Instruments nicht benetzt wird, welcher ausserhalb der Flüssigkeit verbleibt, nachdem es frei schwimmend zur Ruhe gekommen ist. Ist letzteres geschehen, so liest man an der Spindel den Saccharometergrad an derjenigen Linie ab, in welcher der Flüssigkeitsspiegel die Spindel schneidet.

Die an der Spindel abgelesenen Grade gelten nur für die Normaltemperatur von 17,5°. Besitzt die Flüssigkeit nicht zufällig die Normaltemperatur, so müssen die abgelesenen Grade, nachdem die wirkliche Temperatur an dem am Bauche der Spindel angebrachten Thermometer ermittelt worden ist, nach Maassgabe der folgenden Tabelle berichtigt werden:

Tabelle für die Berichtigung der Grade Brix bei einer von der Normaltemperatur (17,5°) abweichenden Temperatur.

Bei einer Temperatur nach Celsius von	und bei							
	25	30	35	40	50	60	70	75
	Graden der Lösung							
	sind von der Saccharometeranzeige abzuziehen: Grade							
0°	0,72	0,82	0,92	0,98	1,11	1,22	1,25	1,29
5°	0,59	0,65	0,72	0,75	0,80	0,88	0,91	0,94
10°	0,39	0,42	0,45	0,48	0,50	0,54	0,58	0,61
11°	0,34	0,36	0,39	0,41	0,43	0,47	0,50	0,53
12°	0,29	0,31	0,33	0,34	0,36	0,40	0,42	0,46
13°	0,24	0,26	0,27	0,28	0,29	0,33	0,35	0,39
14°	0,19	0,21	0,22	0,22	0,23	0,26	0,28	0,32
15°	0,15	0,16	0,17	0,17	0,16	0,19	0,21	0,25
16°	0,10	0,11	0,12	0,12	0,12	0,14	0,16	0,18
17°	0,04	0,04	0,04	0,04	0,04	0,05	0,05	0,06

Bei einer Temperatur nach Celsius von	und bei							
	25	30	35	40	50	60	70	75
	Graden der Lösung							
	sind zur Saccharometeranzeige hinzuzurechnen: Grade							
18°	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,02
19°	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,08	0,06
20°	0,18	0,18	0,18	0,19	0,19	0,18	0,15	0,11
21°	0,25	0,25	0,25	0,26	0,26	0,25	0,22	0,18
22°	0,32	0,32	0,32	0,33	0,34	0,32	0,29	0,25
23°	0,39	0,39	0,39	0,40	0,42	0,39	0,36	0,33
24°	0,46	0,46	0,47	0,47	0,50	0,46	0,43	0,40
25°	0,53	0,54	0,55	0,55	0,58	0,54	0,51	0,48
26°	0,60	0,61	0,62	0,62	0,66	0,62	0,58	0,55
27°	0,68	0,68	0,69	0,70	0,74	0,70	0,65	0,62
28°	0,76	0,76	0,78	0,78	0,82	0,78	0,72	0,70
29°	0,84	0,84	0,86	0,86	0,90	0,86	0,80	0,78
30°	0,92	0,92	0,94	0,94	0,98	0,94	0,88	0,86

Nach der Berichtigung sind die Grade Brix in der Weise auf volle Zehntelgrade abzurunden, dass 5 und mehr Hundertstel als ein Zehntelgrad gerechnet und geringere Beträge weggelassen werden.

Die ermittelten Grade sind schliesslich mit 2 zu multipliciren, weil die zur Spindelung verwendete Menge des Ablaufs mit der gleichen Menge Wasser verdünnt worden ist.

b) Polarisation.

Bei der Polarisation der Zuckerabläufe ist mit Rücksicht auf deren dunkle Färbung von den in in der Anlage C der Ausführungsbestimmungen erteilten bezüglich Vorschriften in folgenden Beziehungen abzuweichen:

Zur Untersuchung wird nur das halbe Normalgewicht (13,034 g) des Zuckerablaufs verwendet. Man wiegt diese Menge in einer Porzellanschale ab, fügt 40 bis 50 cc lauwarmes destillirtes Wasser hinzu und rührt mit einem Glasstabe solange um, bis der Ablauf im Wasser sich vollständig gelöst hat. Hierauf wird die Flüssigkeit in den Kolben gespült und vor dem Auffüllen zur Marke geklärt.

Behufs der Klärung lässt man zunächst etwa 5 cc Bleiessig in den Kolben einfließen. Ist die Flüssigkeit, nachdem der entstehende Niederschlag sich abgesetzt hat — was meist in wenigen Minuten geschieht —, noch zu dunkel, so fährt man mit dem Zusatz von Bleiessig fort, bis die genügende Helligkeit erreicht ist. Oft sind bis zu 12 cc Bleiessig zur Klärung erforderlich. Dabei ist jedoch zu beachten, dass Bleiessig zwar genügend, aber in nicht zu grossen Mengen hinzugesetzt werden darf; jeder neu hinzugesetzte Tropfen Bleiessig muss noch einen Niederschlag in der Flüssigkeit hervorbringen.

Gelingt es nicht, die letztere durch den Zusatz von Bleiessig soweit zu klären, dass die Polarisation im 200 mm-Rohre ausgeführt werden kann, so ist zu versuchen, ob dies im 100 mm-Rohre möglich ist. Gelingt auch dies nicht, so muss eine neue Untersuchungsprobe hergestellt und diese vor dem Bleiessigzusatz mit etwa 10 cc Alaun- oder Gerbsäure-Lösung versetzt werden; diese Lösungen geben mit Bleiessig starke Niederschläge, welche klärend wirken, und gestatten die Anwendung grosser Mengen Bleiessig.

Nachdem die Polarisation ausgeführt ist, sind die abgelesenen Polarisationsgrade mit 2 zu multipliciren, weil nur das halbe Normalgewicht zur Untersuchung verwendet worden ist. Hat man statt eines 200 mm-Rohres nur ein 100 mm-Rohr angewendet, so sind die abgelesenen Grade mit 4 zu multipliciren.

c) Berechnung des Quotienten.

Bezeichnet man die ermittelten Grade Brix mit B und die ermittelten Polarisationsgrade mit P, so berechnet sich der Quotient Q nach der Formel $Q = \frac{100 P}{B}$. Bei der Angabe des Endergebnisses sind geringere Bruchtheile als volle Zehntel fortzulassen.

Beispiel für die Feststellung des Quotienten.

200 g eines Zuckerablaufs sind mit 200 g Wasser verdünnt worden. Die Brix'sche Spindel zeigt 35,2° bei einer Temperatur von 21°; nach der obigen Tabelle sind 0,25° hinzuzurechnen; es berechnen sich daher 35,45 oder abgerundet 35,5 und nach der Verdoppelung 71° Brix. Die Polarisation des halben Normalgewichts im 200 mm-Rohre zeigt 25,2° an; daher beträgt die wirkliche Polarisation $25,2 \times 2 = 50,4^\circ$. Der Quotient berechnet sich hiernach auf $\frac{100 \cdot 50,4}{71} = 70,9$.

Schlussbestimmung.

Der Revisionsbefund hat folgende Angaben zu enthalten: das Ergebniss der Prüfung auf Invertzuckergehalt, die abgelesenen Spindelgrade, die Temperatur der Lösung, die berechneten Spindelgrade für den unverdünnten Zuckerablauf, die Polarisation für das ganze Normalgewicht und den Quotienten.

Anlage B.

Anleitung für die Chemiker

- I. zur Feststellung des Quotienten der 2 Proc. oder mehr Invertzucker enthaltenden Zuckerabläufe und der auf Raffinosegehalt zu untersuchenden Zuckerabläufe,
sowie
- II. zur Feststellung des Zuckergehalts raffinoseverdächtigter krystallisirter Zucker.

I. Feststellung des Quotienten von Zuckerabläufen.

Nach den Ausführungsbestimmungen zum Zuckersteuergesetz soll die Feststellung des Quotienten eines Zuckerablaufs einem Chemiker übertragen werden, wenn

- a) bei der Abfertigungsstelle oder dem Amt, an welches die Probe versendet wird, zur Ermittlung des Quotienten geeignete Beamte nicht vorhanden sind,
- b) der Zuckerablauf 2 Proc. oder mehr Invertzucker enthält oder
- c) der Anmelder die Berechnung des Quotienten nach dem chemisch ermittelten reinen Zuckergehalt beantragt hat.

Den Chemikern wird bei der Übersendung der Proben von der Amtsstelle jedesmal mitgetheilt werden, aus welchem der vorangegebenen Gründe die Untersuchung erfolgen soll, sowie in den unter c bezeichneten Fällen ausserdem, ob die Anwendung der Raffinoseformel gemäss der Vorschrift des § 2 Absatz 5 im letzten Satz der Ausführungsbestimmungen ohne vorgängige Prüfung auf Invertzuckergehalt zulässig ist.

In den unter a bezeichneten Fällen haben die Chemiker nach den Vorschriften der Anlage A der Ausführungsbestimmungen zu verfahren, jedoch mit der Maassgabe, dass die Grade Brix in der im nachstehenden Abschnitt 1. angegebenen Weise zu ermitteln sind.

In den unter b bezeichneten Fällen erfolgt die Feststellung des Quotienten nach den Vorschriften des nachstehenden Abschnitts 1.

In den unter c bezeichneten Fällen ist, sofern die Anwendung der Raffinoseformel zulässig ist, nach den Vorschriften des nachstehenden Abschnitts 2, andernfalls nach denjenigen des nachstehenden Abschnitts 1 zu verfahren. Hängt die Zulässigkeit der Anwendung der Raffinoseformel davon ab, dass der Ablauf weniger als 2 Proc. Invertzucker enthält, so ist derselbe zunächst unter Anwendung der Vorschriften im Abschnitt 1 der Anlage A auf Invertzuckergehalt zu prüfen.

1. Feststellung des Quotienten der 2 Proc. oder mehr Invertzucker enthaltenen Abläufe.

Bei der Untersuchung der Abläufe von 2 Proc. oder mehr Invertzuckergehalt sind die Grade Brix

aus dem vermittels des Pyknometers festgestellten specifischen Gewicht des unverdünnten Ablaufs zu berechnen.

Ergibt sich aus den Graden Brix und der jedesmal zunächst zu ermittelnden directen Polarisation ein Quotient von 70 oder mehr, so ist jede weitere Untersuchung zu unterlassen, da eine solche doch nur zu einer Erhöhung des Quotienten führen würde.

Ergibt sich aber bei der vorläufigen Ermittlung ein Quotient unter 70, so ist die genaue Ermittlung des Zuckergehalts erforderlich. Dabei ist nicht wie im Fabrikbetriebe nicht nur der Rohrzucker als Zucker zu rechnen, sondern der vorhandene Invertzucker durch Abzug von $\frac{1}{30}$ auf Rohrzucker umgerechnet zu der direct gefundenen Menge des letzteren hinzuzurechnen und die Summe der Berechnung zu Grunde zu legen.

Der Invertzucker pflegt in den Abläufen zwar häufig inactiv zu sein, kann aber doch auch die normale Linksdrehung besitzen und somit die Polarisation des vorhandenen Rohrzuckers zu gering erscheinen lassen. Deshalb ist es bei der Untersuchung von Zuckerabläufen nicht zulässig, in gleicher Weise, wie dies von Meissl für den festen Colonialzucker vorgeschlagen worden ist, den gefundenen Invertzucker mit 0,34 zu multipliciren und die erhaltene Zahl der Polarisation zuzählen. Wollte man in dieser Weise verfahren, so würde in vielen Fällen der Zuckergehalt der Abläufe ihrem wirklichen Zuckergehalte gegenüber zu hoch ermittelt werden. Immerhin wird aber die Möglichkeit im Auge zu behalten sein, dass in Folge des Drehungsvermögens des Invertzuckers nach links bei Anwendung grösserer Mengen desselben der Rohrzuckergehalt viel zu niedrig gefunden wird. Im Hinblick auf diese Verhältnisse erscheint im Allgemeinen die Berechnung des Gesamtzuckers aus der Polarisation und dem gefundenen Invertzucker nur in solchen Fällen statthaft, wo die Menge des Invertzuckers nicht über ein gewisses Maass hinausgeht. Beispielsweise würde bei Anwesenheit von 6 Proc. Invertzucker die Polarisation des Rübenzuckers bereits um $6 \times 0,34 = 2,04$ zu niedrig ausfallen können. Es empfiehlt sich daher, bei Zuckerabläufen im Allgemeinen von der optischen Methode der Zuckerbestimmung gänzlich abzusehen und die gewichtsanalytische anzuwenden, für welche weiter unten unter a eine rasch auszuführende Arbeitsweise angegeben ist.

Eine Ausnahme tritt ein bei Anwesenheit von Stärkezucker in den Abläufen. Da wir die Menge des vorhandenen Stärkezuckers nicht genau bestimmen können, und da ferner das Reductionsvermögen des Stärkezuckers, welches bei der Handelswaare entsprechend einem Gehalt von ungefähr 40 bis 60 Proc. Glucose schwankt, unter denjenigen Bedingungen, unter welchen die Inversion der Zuckerabläufe behufs Ausführung der gewichtsanalytischen Zuckerbestimmung vorgenommen wird, fast unverändert bleibt, so ist in Fällen, in denen solcher vorhanden ist, die gewichtsanalytische Methode zur Feststellung des gesammten Gehalts an Rohrzucker beziehungsweise des Quotienten nicht mehr anwendbar. Sie würde im Gegentheil zu grossen Irrthümern führen und es

würden Abläufe von einem Quotienten über 70, nach dieser Methode untersucht, nach Zusatz einer gewissen Menge Stärkezucker als solche von einem Quotienten unter 70 erscheinen. Ist aber Stärkezucker zugegen, so wird die Linksdrehung des Invertzuckers auf die Polarisation des Zuckers gar nicht mehr wie bei unverschnittenen Abläufen wirken, weil der Stärkezucker ein ungleich höheres Rechtsdrehungsvermögen besitzt als die anderen vorhandenen Zuckerarten. Um Täuschungen zu verhüten, welche durch Vermischen von Abläufen von einem Quotienten über 70 mit Stärkezucker leicht möglich sein würden, ist deshalb in allen Fällen, in denen Stärkezucker zugegen ist, der Gesamtzuckergehalt aus der Polarisation und dem direct zu bestimmenden Invertzucker zu berechnen, wie nachstehend unter b vorgeschrieben ist.

Jeder Ablauf von 2 Proc. oder mehr Invertzuckergehalt ist demnach zuvörderst daraufhin zu prüfen, ob er etwa Stärkezucker enthält.

In den Zuckerfabriken wird Stärkezucker den Rohrzuckerabläufen nur selten zugesetzt. Namentlich werden Melassen, welche zur Versendung nach Branntweinbrennereien oder Melasseentzuckerungsanstalten bestimmt sind, Stärkezucker in der Regel nicht enthalten, weil sie sich in diesen Gewerbsanstalten nur schwierig würden verarbeiten lassen. Glaubt nun der untersuchende Chemiker auf Grund seiner Kenntniss des Ursprungs oder der Bestimmung des betreffenden Zuckerablaufs nach pflichtmässigem Ermessen mit genügender Sicherheit annehmen zu können, dass der zu untersuchende Ablauf Stärkezucker nicht enthält, so kann er von der bezüglichen Prüfung auf chemischem Wege absehen. Andernfalls hat die chemische Untersuchung auf Stärkezuckergehalt in folgender Weise stattzufinden:

Das halbe Normalgewicht wird im Hundertkolben in 75 cc Wasser gelöst und mit 5 cc Salzsäure von 1,19 spec. G. bei 67 bis 70° invertirt. Darauf wird zu Hundert aufgefüllt und mit $\frac{1}{2}$ bis 1, bei dunklen Abläufen auch mit 2 bis 3 g mit Salzsäure ausgewaschener Knochen- oder Blutkohle entfärbt, welche man in trockenem Zustande in den Hundertkolben bringt. Wendet man Blutkohle an, so ist ihr Absorptionsfactor für Invertzucker, welcher nicht für alle Sorten gleich ist, zu bestimmen und die am Polarimeter abgelesene Zahl entsprechend zu berichtigen. Unverfälschte Abläufe nehmen zwar erfahrungsgemäss häufig nicht ganz die normale Linksdrehung an, welche bei 20° gleich 0,327 der ursprünglichen Rechtsdrehung ist, doch beträgt dieselbe immer mindestens den fünften Theil der letzteren. Es sollen daher nur solche Abläufe als mit Stärkezucker versetzt behandelt werden, deren Linksdrehung nach der Inversion geringer ist als $\frac{1}{5}$ der Rechtsdrehung vor der Inversion. Beispielsweise würde ein Syrup von 55° Polarisation, welcher nach der Inversion eine Linksdrehung von weniger als 11 — oder etwa gar Rechtsdrehung zeigt, als mit Stärkezucker versetzt zu bezeichnen sein.

a) Stärkezuckerfreie Abläufe.

Bei stärkezuckerfreien Abläufen kann die Gesamtzuckerbestimmung in einer einzigen Operation ausgeführt werden.

Man wägt das halbe Normalgewicht (13,024 g) ab, löst in einem Hundertkölbchen in 75 cc Wasser, setzt 5 cc Salzsäure von 1,19 spec. G. hinzu und erwärmt auf 67 bis 70° im Wasserbade. Auf dieser Temperatur von 67 bis 70° wird der Kolbengehalt noch 5 Minuten unter häufigem Umschütteln gehalten. Da das Anwärmen 2½ bis 5 Minuten in Anspruch nehmen kann, so wird die Ausführung dieser Operation im Ganzen 7½ bis 10 Minuten in Anspruch nehmen; in jedem Falle soll sie in 10 Minuten beendet sein. Man füllt zur Marke auf, verdünnt darauf 50 cc von den 100 cc zum Liter, nimmt davon 25 cc (entsprechend 0,1628 g Substanz) in eine Erlenmeyer'sche Kochflasche und setzt, um die vorhandene freie Säure zu neutralisiren, 25 cc einer Lösung von kohlen-saurem Natron hinzu, welche durch Lösen von 1,7 g wasserfreiem Salze zum Liter bereitet ist. Darauf versetzt man mit 50 cc Fehling'scher Lösung nach Soxhlet's Vorschrift, erhitzt in derselben Weise wie bei der Invertzuckerbestimmung zum Sieden und hält die Flüssigkeit genau 3 Minuten im Kochen. Das Anwärmen der Flüssigkeit soll möglichst rasch mittels eines guten Dreibrenners geschehen und unter Benutzung eines Drahtnetzes mit übergelegter ausgeschnittener Asbestplatte 3½ bis 4 Minuten in Anspruch nehmen; sobald die Flüssigkeit kräftig siedet, wird der Dreibrenner mit einem Einbrenner vertauscht. Nach beendetem Erhitzen verdünnt man die Flüssigkeit in der Kochflasche mit dem gleichen Volumen luftfreiem Wasser und verfährt im Übrigen genau wie bei der Invertzuckerbestimmung. Zur Berechnung des Resultats können die in der Litteratur vorhandenen Tabellen nicht dienen, weil dieselben nicht für Invertzucker, sondern nur für Glucose oder auch Gemenge von Invertzucker mit Saccharose gelten; der der gefundenen Kupfermenge entsprechende Rohrzucker-gehalt des Ablaufs ist vielmehr ausschliesslich mit Benutzung der folgenden Tabelle zu ermitteln, welche ihn unmittelbar in Procenten angibt. Der Umrechnung des Invertzuckers in Rohrzucker ist man demnach bei Benutzung der Tabelle überhoben.

Bei der Berechnung des Quotienten sind geringere Bruchtheile als volle Zehntel fortzulassen.

Beispiel: 25 cc des invertirten Zuckerablaufs = 0,1628 g Substanz geben bei der Reduction 171 mg Kupfer; diese entsprechen 52,99 oder abgerundet 52,9 Proc. Zucker. Angenommen, der Ablauf zeige 75,6° Brix, so ist sein Quotient 69,97 oder abgerundet 69,9.

b) Stärke-zuckerhaltige Abläufe.

Bei stärke-zuckerhaltigen Abläufen muss, wie schon eingangs erwähnt ist, zur Feststellung des Gesamtzucker-gehalts der Weg eingeschlagen werden, dass zu der Polarisation der bereits vorhandene Invertzucker, welcher sich aus dem directen Reduktionsvermögen des Ablaufs gegen Fehling'sche Lösung berechnet, hinzugerechnet wird.

Bei der Bestimmung des Invertzuckers muss man im vorliegenden Falle, da für 10 g Substanz, welche sonst gewöhnlich dazu verwendet werden, die Fehling'sche Lösung nicht ausreichen würde, erst versuchen, welche Substanzmenge genommen werden darf. Dies geschieht am bequemsten, indem man 10 g Syrup zu 100 cc löst, in mehrere

Reagensgläser je 5 cc Fehling'sche Lösung und verschiedene Mengen der Substanzlösung, nämlich in das erste 8, in das zweite 6, in das dritte 4 und in das letzte 2 cc bringt und aufkochen lässt.

Tabelle zur Berechnung des dem vorhandenen Invertzucker entsprechenden procentualen Rohrzucker-gehalts aus der gefundenen Kupfermenge bei 3 Minuten Kochdauer und 0,1628 g Substanz.

Kupfer mg	Rohr- zucker Proc.	Kupfer mg	Rohr- zucker Proc.	Kupfer mg	Rohr- zucker Proc.	Kupfer mg	Rohr- zucker Proc.
79	24,57	126	38,87	173	53,63	220	68,87
80	24,87	127	39,18	174	53,95	221	69,20
81	25,17	128	39,49	175	54,27	222	69,53
82	25,47	129	39,80	176	54,59	223	69,87
83	25,78	130	40,11	177	54,91	224	70,20
84	26,08	131	40,42	178	55,23	225	70,53
85	26,38	132	40,73	179	55,55	226	70,86
86	26,68	133	41,04	180	55,87	227	71,19
87	26,98	134	41,35	181	56,19	228	71,53
88	27,29	135	41,66	182	56,51	229	71,86
89	27,59	136	41,98	183	56,83	230	72,19
90	27,89	137	42,29	184	57,15	231	72,52
91	28,19	138	42,60	185	57,47	232	72,85
92	28,50	139	42,91	186	57,79	233	73,18
93	28,80	140	43,22	187	58,11	234	73,51
94	29,10	141	43,53	188	58,43	235	73,85
95	29,40	142	43,85	189	58,75	236	74,18
96	29,71	143	44,16	190	59,07	237	74,51
97	30,02	144	44,48	191	59,39	238	74,84
98	30,32	145	44,79	192	59,72	239	75,17
99	30,63	146	45,10	193	60,04	240	75,50
100	30,93	147	45,42	194	60,36	241	75,83
101	31,24	148	45,73	195	60,69	242	76,17
102	31,54	149	46,05	196	61,01	243	76,51
103	31,85	150	46,36	197	61,33	244	76,84
104	32,15	151	46,68	198	61,65	245	77,18
105	32,45	152	46,99	199	61,98	246	77,51
106	32,76	153	47,30	200	62,30	247	77,85
107	33,06	154	47,62	201	62,63	248	78,18
108	33,36	155	47,93	202	62,95	249	78,52
109	33,67	156	48,25	203	63,28	250	78,85
110	33,97	157	48,56	204	63,60	251	79,19
111	34,27	158	48,88	205	63,93	252	79,53
112	34,58	159	49,19	206	64,26	253	79,88
113	34,88	160	49,50	207	64,58	254	80,22
114	35,19	161	49,82	208	64,91	255	80,56
115	35,49	162	50,13	209	65,23	256	80,90
116	35,80	163	50,45	210	65,56	257	81,24
117	36,10	164	50,76	211	65,89	258	81,59
118	36,41	165	51,08	212	66,22	259	81,93
119	36,71	166	51,40	213	66,55	260	82,27
120	37,01	167	51,72	214	66,88	261	82,61
121	37,32	168	52,04	215	67,21	262	82,95
122	37,63	169	52,35	216	67,55	263	83,30
123	37,94	170	52,67	217	67,88	264	83,64
124	38,25	171	52,99	218	68,21	265	83,98
125	38,56	172	53,31	219	68,54	266	84,32

Dasjenige Reagensgläschen, in welchem die Fehling'sche Lösung nicht mehr entfärbt wird, bestimmt alsdann die Menge der anzuwendenden Substanz. Tritt beispielsweise die Entfärbung in demjenigen Reagensgläschen nicht mehr ein, welches 6 cc der Substanzlösung enthält, so sind 6 g Substanz zur Analyse abzuwägen. Die abgewogene Substanzmenge löst man in 50 cc Wasser und versetzt, ohne vorher mit Bleiessig zu klären, mit 50 cc Fehling'scher Lösung, kocht 2 Minuten und verfährt weiter in der Weise, wie bei der

Untersuchung der festen Zucker auf Invertzucker üblich ist. Die Berechnung des Invertzuckers geschieht wie folgt:

Es sei

Pol die Polarisation der Substanz,

p die zur Invertzuckerbestimmung angewandte Menge derselben, welche Cu g Kupfer ergeben hat.

Die Menge des Invertzuckers kann annähernd $\frac{Cu}{2}$ gesetzt werden und soll mit A bezeichnet werden. Es ergibt sich alsdann aus der Proportion

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

für B diejenige Menge Invertzucker, welche in 100 Theilen Rohrzucker + Invertzucker vorhanden ist.

Den procentualen Invertzuckergehalt der Substanz erhält man mit der Formel

$$\frac{Cu}{p} \times F = \text{Proc. Invertzucker,}$$

worin p die angewandte Menge der Substanz und F einen aus der folgenden Tabelle zu entnehmenden Factor bedeutet.

Tabelle der bei der Bestimmung des Invertzuckers neben Rohrzucker in Rechnung zu stellenden Factoren.

Invertzucker auf 100 Gesammtzucker = B	Milligramm Invertzucker = A						
	200	175	150	125	100	75	50
100	56,4	55,4	54,5	53,8	53,2	53,0	53,0
90	56,3	55,3	54,4	53,8	53,2	52,9	52,9
80	56,2	55,2	54,3	53,7	53,2	52,7	52,7
70	56,1	55,1	54,2	53,7	53,2	52,6	52,6
60	55,9	55,0	54,1	53,6	53,1	52,5	52,4
50	55,7	54,8	54,0	53,5	53,1	52,3	52,2
40	55,6	54,7	53,8	53,2	52,8	52,1	51,9
30	55,5	54,5	53,5	52,9	52,5	51,9	51,6
20	55,4	54,3	53,3	52,7	52,2	51,7	51,3
10	54,6	53,6	53,1	52,6	52,1	51,6	51,2
9	54,1	53,6	52,6	52,1	51,6	51,2	50,7
8	53,6	53,1	52,1	51,6	51,2	50,7	50,3
7	53,6	53,1	52,1	51,2	50,7	50,3	49,8
6	53,1	52,6	51,6	50,7	50,3	49,8	48,9
5	52,6	52,1	51,2	50,3	49,4	48,9	48,5
4	52,1	51,2	50,7	49,8	48,9	47,7	46,9
3	50,7	50,3	49,8	48,9	47,7	46,2	45,1
2	49,9	48,9	48,5	47,3	45,8	43,3	40,0
1	47,7	47,3	46,5	45,1	43,3	41,2	38,1

Man benutzt dabei diejenige Spalte und diejenige Zeile der Tabelle, deren Bezeichnungen den für A und B gefundenen Werthen am nächsten kommen; am Kreuzungspunkte findet sich der gesuchte Factor F.

Beispiel: Angenommen, die Polarisation des Ablaufs sei 86,4 und es seien für 3,256 g Substanz (p) 0,290 g Kupfer (Cu) gefunden, so ist:

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

$$\left(0,145 + \frac{3,256 \times 86,4}{100} \right) : 0,145$$

$$= 2,958 : 0,145 = 100 : 4,9; \text{ mithin } B = 4,9.$$

Dem Werthe von A mit 140 mg kommt in der Tabelle der Werth von 150 mg, dem Invertzucker auf 100 Gesammtzucker mit 4,9 die Zahl 5 am nächsten; am Kreuzungspunkte der mit 5 Proc. Invertzucker bezeichneten Zeile mit der Spalte für 150 mg findet sich der Factor 51,2.

Wird dieser in die Formel $\frac{Cu}{p} \times F$ eingesetzt,

$$\text{so erhält man } \frac{0,290}{3,256} \times 51,2 = 4,56 \text{ Proc.}$$

Invertzucker. Hierauf wird der Invertzucker nach Abzug von $\frac{1}{20}$ auf Saccharose umgerechnet und die erhaltene Zahl (4,56—0,23 = 4,33) zu derjenigen der Polarisation hinzugezählt. Aus der Summe und den Graden Brix ermittelt man alsdann den Quotienten in bekannter Weise.

2. Feststellung des Quotienten der auf Raffinosegehalt zu untersuchenden Zuckerabläufe.

Nachdem die Grade Brix des betreffenden Zuckerablaufs in der im Abschnitt 1 angegebenen Weise ermittelt worden sind, wird der Zuckergehalt desselben aus der directen Polarisation (P) und der bei 20° oder bei einer wenig davon abweichenden Temperatur unter entsprechender Correctur zu ermittelnden Polarisation nach der Inversion (J) vermittels der Formel

$$Z (\text{Zucker}) = \frac{0,5124 P - J}{0,839}$$

festgestellt.

Will man ausserdem den Gehalt an Raffinose ermitteln, so dient dazu die Formel

$$R (\text{Raffinose}) = \frac{P - Z}{1,852}$$

Die Inversion ist in der im Abschnitt 1 unter a angegebenen Weise zu bewirken.

Beispiel: Für einen Ablauf von 85,6° Brix, 76,6° directer Polarisation und —3,0° Polarisation nach der Inversion (für das ganze Normalgewicht) berechnet sich der Zuckergehalt auf

$$\frac{0,5124 \cdot 76,6 + 3}{0,839} = 50,4 \text{ Proc.}$$

und der Quotient auf 58,8.

II. Feststellung des Zuckergehalts raffinoseverdächtigcr krystallisirter Zucker.

Die Feststellung des Zuckergehalts raffinosehaltiger krystallisirter Zucker erfolgt ebenso wie diejenige raffinosehaltiger Zuckerabläufe nach den Vorschriften unter I. 2.

Als raffinosehaltig soll nur solcher Zucker angesehen werden, bei denen die Differenz des Zuckergehalts nach der directen Polarisation und desjenigen, welcher sich unter Anwendung der Raffinoseformel ergeben hat, für Zucker der Klasse a mehr als 1 Proc., für Zucker der Klassen b und c mehr als 0,6 Proc. beträgt, weil geringere Differenzen mitunter auch bei raffinosefreien Zuckern gefunden werden und möglicherweise die Folge von Untersuchungsfehlern sind.

Bei Differenzen von 1 bez. 0,6 Proc. oder weniger ist sonach das Ergebniss der directen Polarisation als der wirkliche Zuckergehalt des untersuchten Zuckers anzusehen.

Bei der Angabe des Endergebnisses sind geringere Bruchtheile als volle Zehntel unberücksichtigt zu lassen. Beispielsweise ist ein Zuckergehalt von 97,19 auf 97,1 abzurunden.

Schlussbestimmung.

Über jede Untersuchung ist eine schriftliche Befundbescheinigung auszustellen und der Amtsstelle, welche die betreffende Probe eingesendet hat, zu übermitteln. Die Bescheinigung hat ausser der genauen Bezeichnung der Probe zu enthalten:

I. bei der Feststellung des Quotienten von Zuckerabläufen:

1. in den Eingangs unter a bezeichneten Fällen:

das specifische Gewicht, die daraus berechneten Grade Brix, die directe Polarisation und den berechneten Quotienten;

2. in den Eingangs unter b bezeichneten Fällen:

das Ergebniss der Prüfung auf Invertzuckergehalt, das specifische Gewicht, die daraus berechneten Grade Brix, die directe Polarisation; ferner, falls aus den bisher bezeichneten Angaben ein Quotient von weniger als 70 sich berechnet, entweder die Angabe der Gründe, aus denen die Untersuchung der Probe auf Stärkezuckergehalt unterblieben ist, oder das Ergebniss dieser Untersuchung mit Angabe der ermittelten Polarisation nach der Inversion; ferner bezüglich stärkezuckerfreier Abläufe die gefundene Kupfermenge und den daraus sich berechnenden Zuckergehalt, bezüglich stärkezuckerhaltiger Abläufe die gefundene Kupfermenge, den derselben entsprechenden Invertzuckergehalt und den Gesamtzuckergehalt (Polarisation + Invertzucker); schliesslich den berechneten Quotienten;

3. in den eingangs unter c bezeichneten Fällen:

das Ergebniss der Prüfung auf Invertzuckergehalt, soweit solche erforderlich ist, sowie, falls die Anwendung der Raffinoseformel zulässig ist, das specifische Gewicht, die daraus berechneten Grade Brix, die directe Polarisation, die Polarisation nach der Inversion, den daraus mit Hilfe der Raffinoseformel berechneten Zuckergehalt und den Quotienten, anderenfalls aber die vorstehend unter Ziffer 2 aufgeführten Angaben;

II. bei der Feststellung des Zuckergehalts raffinoseverdächtiger krystallisirter Zucker:

die directe Polarisation, die Polarisation nach der Inversion, den daraus berechneten Zuckergehalt nach der Raffinoseformel und sodann den bestimmungsgemäss als ermittelt geltenden procentualen Zuckergehalt.

Anlage C.

Anleitung zur Ausführung der Polarisation.

Polarisations-Apparate.

Zur Ausführung der Polarisation für Zwecke der Steuerverwaltung darf nur der Ventzke-Soleil'sche Farbenapparat oder der Halbschattenapparat von Schmidt & Hänsch benutzt werden. Für beide Instrumente entspricht bei Beobachtung im 200 mm-Rohre ein Grad Drehung einem Ge-

halte von 0,26048 g Zucker in 100 cc Flüssigkeit bei 17,5°; eine Zuckerlösung, welche in 100 cc 26,048 g — das sogenannte Normalgewicht — Zucker enthält, bedingt sonach eine Drehung von 100°. Demgemäss zeigen, wenn man im 200 mm-Rohre die Lösung einer Substanz untersucht, welche in 100 cc 26,048 g Substanz enthält, die Grade der Scala die Procente Zucker an, welche die Substanz enthält. Wendet man nur die Hälfte des Normalgewichts zur Untersuchung an, so müssen die abgelesenen Grade verdoppelt werden, um Procente Zucker zu enthalten. Dasselbe gilt für diejenigen Fälle, in denen die Untersuchung in einem 100 mm-Rohre erfolgt. Andererseits machen Untersuchungen des doppelten Normalgewichts im 200 mm-Rohre, sowie solche des einfachen Normalgewichts im 400 mm-Rohre die Halbierung der abgelesenen Grade erforderlich.

Die Untersuchungen sind möglichst bei der vorangegebenen Normaltemperatur vorzunehmen; geringe Abweichungen können vernachlässigt werden.

Bei der Polarisation ist wie folgt zu verfahren:

Abwägen und Auflösen der Probe; Auffüllen zu 100 cc.

Man stellt auf einer geeigneten Waage zunächst die Tara eines zur Aufnahme des zu untersuchenden Zuckers dienenden, zweckmässig an den beiden Längsseiten umgebogenen Kupferblechs fest und wiegt darauf das Normalgewicht, 26,048 g, des zu untersuchenden Zuckers ab. Der Bequemlichkeit halber benutzt man dazu ein Gewichtstück, welches auf das Normalgewicht justirt ist. Falls die Zuckerprobe, welche untersucht werden soll, nicht gleichmässig gemischt ist, ist es notwendig, dieselbe vor dem Abwägen unter Zerdücken der etwa vorhandenen Klumpen mit einem Pistill oder mit der Hand gut durchzurühren. Die Wägung muss mit einer gewissen Schnelligkeit geschehen, weil sonst, besonders in warmen Räumen, während der Ausführung derselben die Substanz Wasser abgeben kann, wodurch die Polarisation erhöht wird. Man schüttet die abgewogene Zuckermenge alsdann vom Kupferblech durch einen Messingtrichter in ein 100 cc-Kölbchen, spült anhängende Zuckertheilchen mit etwa 80 cc destillirtem Wasser von Zimmertemperatur, welches man einer Spritzflasche entnimmt, nach und bewegt die Flüssigkeit im Kolben unter leisem Schütteln und Zerdücken grösserer Klümpchen mit einem Glasstabe so lange, bis sämtlicher Zucker sich gelöst hat. Etwaige unlösliche Bestandtheile wie Sand und dergleichen erkennt man daran, dass sie sich mit dem Glasstabe nicht zerdrücken lassen. Am Glasstabe haftende Zuckerlösung wird beim Entfernen desselben mit destillirtem Wasser in's Kölbchen zurückgespült. Hierauf wird das Volumen der Flüssigkeit im Kolben mittels destillirten Wassers genau bis zu der 100 cc zeigenden Marke aufgefüllt. Zu diesem Zweck hält man den Kolben in senkrechter Stellung so vor sich, dass die Marke sich in der Höhe des Auges befindet, und setzt tropfenweise destillirtes Wasser zu, bis die untere Kuppe der Flüssigkeit im Kolbenhalse in eine Linie mit dem als Marke dienenden Ätzstrich fällt. Nach dem

Auffüllen ist die Flüssigkeit durch Schütteln gut durchzumischen.

Klärung. Zuckerlösungen, welche nach der weiterhin zu erwähnenden Filtration nicht klar oder noch so dunkel gefärbt sein würden, dass sie im Polarisationsapparat nicht hinlänglich durchsichtig wären, müssen vor dem Auffüllen zur Marke geklärt beziehungsweise entfärbt werden.

Bei der Verwendung des Farbenapparates setzt man der Zuckerlösung als Klärmittel, je nach der Art des zu untersuchenden Zuckers und der Lichtintensität der zum Apparat gehörigen Lampe, 10 bis 20 Tropfen oder, wenn nöthig, noch mehr Bleiessig vermittle einer Heberspritzenflasche oder einer kleinen Pipette zu. Gelingt die Klärung in dieser Weise nicht, so lässt man dem Bleiessigzusatz den Zusatz von ebensoviele Alaunlösung folgen oder setzt zuerst einen oder mehrere Cubikcentimeter Alaunlösung und darauf eine grössere Menge Bleiessig als zuvor hinzu, bis ein Filtrat von weisslicher oder gelbweisser Farbe erzielt wird. Werden die Lösungen bei der Anwendung der bisher angegebenen Methoden nicht klar, so wird nur mit Bleiessig geklärt und das Filtrat mit möglichst wenig (1 bis höchstens 3 g) extrahirter Blutkohle¹⁾ oder bei 120° getrockneter Knochenkohle versetzt. Eintretendenfalls ist das Polarisationsergebniss um den Betrag des Absorptionscoefficienten zu erhöhen, welchen man sich beim Bezüge der Kohle angeben lassen muss.

Bei der Benutzung eines Halbschattenapparates wird in der Regel der Zusatz von 3 bis 5 cc eines dünnen Breis von Thonerdehydrat nebst wenig Bleiessig genügen. Nur wenn die Zuckerlösung sehr dunkel gefärbt ist, wendet man dieselben Klärungsmethoden an, wie bei dem Farbenapparat. Bis zur Verwendung von Blut- und Knochenkohle wird man beim Halbschattenapparat kaum zu gehen brauchen, da in diesem noch ziemlich dunkle Zuckerlösungen polarisirt werden können.

Nach der Klärung wird der innere Theil des Halses des Kölbchens mit destillirtem Wasser, welches einer Heberspritzenflasche oder einer gewöhnlichen Spritzenflasche entnommen wird, abgespült und die Lösung in der oben angegebenen Weise bis zur 100 cc-Marke aufgefüllt. Hierauf wird die im Halse des Kölbchens etwa noch anhaftende Flüssigkeit mit Fliesspapier abgetupft, die Öffnung des Kölbchens durch Andrücken eines Fingers geschlossen und der Inhalt durch wiederholtes Umkehren und Schütteln des Kolbens gut durchgemischt.

Bezüglich der Klärung gelten folgende allgemeine Bemerkungen für beide Apparate:

1. Die Flüssigkeit braucht um so weniger entfärbt zu sein, je grösser die Lichtintensität der Lampe ist, welche zur Beleuchtung des Polarisationsapparates dient. Besitzt man die patentirte Lampe mit Reflector von Schmidt & Hänsch, welche sowohl für Gas als Petroleum eingerichtet ist, so wird man auch bei Farbenapparaten der Blut- oder Knochenkohle nicht bedürfen.

2. Bei Anwendung von Bleiessig zur Klärung darf derselbe nie in allzugrossem Überschusse zugesetzt werden. Bei einiger Übung lernt man sehr bald erkennen, wann mit dem Bleiessigzusatz aufgehört werden muss. Ist zu viel Bleiessig zugesetzt worden, so muss der Überschuss durch Zusatz von Alaun in der oben beschriebenen Weise wieder ausgefällt werden.

3. Die Wirkung des Klärmittels ist um so besser, je kräftiger die Flüssigkeit nach dem Auffüllen zur Marke durchgeschüttelt wird.

Filtration. Man schreitet alsdann zur Filtration der Flüssigkeit, welche mittels eines in einen Glastrichter eingesetzten Papierfilters geschieht. Der Trichter wird auf einen sogenannten Filtrircylinder, welcher die Flüssigkeit aufnimmt, gesetzt und während der Operation, um Verdunstung zu verhüten, mit einer Glasplatte oder einem Uhrglase bedeckt gehalten. Trichter und Cylinder müssen ganz trocken sein; ein Feuchtigkeitsgehalt derselben würde eine nachträgliche Verdünnung der 100 cc bewirken.

Zweckmässig wird das Filter so gross hergestellt, dass man die 100 cc Flüssigkeit auf einmal aufgeben kann; auch empfiehlt es sich, falls das Papier nicht sehr dick ist, ein doppeltes Filter anzuwenden. Die ersten durchlaufenden Tropfen werden weggegossen, weil sie trübe sind und durch den Feuchtigkeitsgehalt des Filtrirpapiers beeinflusst sein können. Ist das nachfolgende Filtrat trübe, so muss es auf das Filter zurückgegossen werden, bis die Flüssigkeit klar durchläuft. Es ist dringend nothwendig, diese Vorsichtsmaassregel nicht zu verabsäumen, da nur mit ganz klaren Flüssigkeiten sich sichere polarimetrische Beobachtungen anstellen lassen.

Fällung in das 200 mm-Rohr. Nachdem auf die beschriebene Weise eine klare Lösung erzielt worden ist, wird die Röhre, welche zur polarimetrischen Beobachtung dienen soll, mit dem dazu erforderlichen Theile der im Filtrircylinder aufgefangenen Flüssigkeit voll gefüllt.

In der Regel ist ein 200 mm-Rohr zu benutzen; bei Zuckerlösungen, welche trotz aller Klärungsversuche trübe beziehungsweise dunkel geblieben sind, ist die Benutzung eines 100 mm-Rohres vorzuziehen.

Die Beobachtungsröhren sind in der Regel aus Messing oder Glas gefertigt; ihr Verschluss an beiden Enden wird durch runde Glasplatten, sogenannte Deckgläschen, bewirkt. Festgehalten werden die Deckgläschen entweder durch eine aufzusetzende Schraubenkapsel oder durch eine federnde Kapsel, welche über das Rohr geschoben und von der Feder festgehalten wird.

Die Röhren müssen auf das gründlichste gereinigt und gut getrocknet sein. Die Reinigung geschieht zweckmässig durch wiederholtes Abspülen mit Wasser und Nachstossen eines trockenen Pfropfens aus Filtrirpapier mittels eines Holzstabes. Die Deckgläser müssen blank geputzt sein und dürfen keine fehlerhafte Stellen oder Schrammen zeigen. Beim Füllen des Rohres ist seine Erwärmung durch die Hand zu vermeiden. Man

¹⁾ Von R. Flemming in Kalk bei Cöln am Rhein zu beziehen.

fasst daher das unten geschlossene Rohr am oberen Theil nur mit zwei Fingern an, giesst es so voll, dass die Flüssigkeitskuppe die obere Öffnung überragt, wartet kurze Zeit, um etwa entstandenen Luftblasen Zeit zum Aufsteigen zu lassen und schiebt das Deckgläschen von der Seite in waagrechter Richtung über die Öffnung des Rohres. Das Aufschieben des Deckgläschens muss so schnell und sorgfältig ausgeführt werden, dass unter dem Deckgläschen keine Luftblase entstehen kann. Ist das Überschieben des Deckgläschens das erstemal nicht befriedigend ausgefallen, so muss es wiederholt werden, nachdem man das Deckgläschen wieder geputzt und getrocknet und die Kuppe der Zuckerlösung im Rohr durch Hinzufügen einiger Tropfen der Flüssigkeit wieder hergestellt hat. Nach dem Aufschieben des Deckgläschens wird das Rohr mit der Kapsel verschlossen. Erfolgt der Verschluss mit einer Schraubenkapsel, so ist mit peinlicher Sorgfalt darauf zu achten, dass dieselbe nur so weit angezogen wird, dass das Deckgläschen eben nur in fester Lage sich befindet; ist das Deckgläschen zu fest angezogen, so kann es optisch activ werden und man erhält bei der Polarisation ein unrichtiges Ergebniss. Ist die Schraube zu stark angezogen worden, so genügt es nicht, dieselbe zu lockern, sondern man muss auch längere Zeit warten, bevor man die Polarisation vornimmt, da die Deckgläschen das angenommene Drehungsvermögen zuweilen nur langsam wieder verlieren. Um sicher zu gehen, wiederholt man alsdann die Beobachtung mehreremale nach Verlauf von je 10 Minuten, bis das Ergebniss eine Änderung nicht mehr erleidet.

Vorbereitung des Polarisationsapparates zur Beobachtung. Nachdem das Rohr gefüllt ist, wird der Polarisationsapparat zur Beobachtung bereit gemacht. Derselbe soll in einem Raum aufgestellt werden, welcher durch Vorhängen der Fenster und dergleichen nach Möglichkeit verdunkelt ist, damit das Auge bei der Beobachtung durch seitliche Lichtstrahlen nicht gestört wird. Mit grösster Sorgfalt ist darauf zu achten, dass die zum Apparat gehörige Lampe in gutem Stande sei. Die Reflectorlampe von Schmidt & Hänsch ist 20 bis 30 cm, eine gewöhnliche Lampe von geringerer Lichtintensität 10 bis 15 cm vom Apparat entfernt aufzustellen. Nach dem Anzünden wartet man ab, bis die Lampe ganz gleichmässig brennt. Jede Veränderung der Beschaffenheit der Flamme, sowie der Entfernung der Lampe vom Apparat, also jedes Hoch- oder Niederschrauben des Dochtes beziehungsweise der Flamme, jedes Vorwärtsschieben oder Drehen der Lampe beeinflusst das Ergebniss der Beobachtung.

Durch Verschiebung des Fernrohrs, welches an dem vorderen Ende des Apparates sich befindet, stellt man denselben alsdann so ein, dass der Faden, welcher das Gesichtsfeld im Apparat in zwei Theile theilt, scharf zu erkennen ist. Man drückt dabei das Auge nicht an das Augenglas des Fernrohrs an, sondern hält es 1 bis 3 cm davon ab und sorgt dafür, dass der Körper während der Beobachtung in bequemer Stellung sich befinde, da jede unnatürliche Stellung desselben zu einer störenden Anstrengung des Auges führt. Wenn der Apparat richtig eingestellt ist, muss

das Gesichtsfeld kreisrund und scharf begrenzt erscheinen. Man beruhige sich niemals mit einer unvollkommenen Erfüllung dieser Vorbedingung, sondern ändere die Stellung der Lampe beziehungsweise des Apparates und des Fernrohrs so lange, bis man das bezeichnete Ziel erreicht hat.

Nullpunkteinstellung. Alsdann schreitet man zur Einstellung des Nullpunkts. Für Anfänger ist es rathsam, dabei ein mit Wasser gefülltes Rohr in den Apparat zu legen, weil dadurch das Gesichtsfeld vergrössert und die Beobachtung erleichtert wird.

Bei einem Farbenapparat muss der Einstellung des Nullpunkts diejenige der sogenannten teinte de passage vorausgehen. Man dreht zu diesem Behuf die rechte seitliche Schraube so lange, bis man einen gewissen, bei einiger Übung leicht zu findenden hellblauen bis blauvioletten Ton bei ungefährer Nullpunkteinstellung gefunden hat.

Die Scharfeinstellung des Nullpunkts erfolgt in der Weise, dass man die Schraube unterhalb des Fernrohrs hin- und herspielen lässt, bis die beiden durch den Faden getrennten Hälften des Gesichtsfeldes bei dem Farbenapparat genau gleich gefärbt, bei dem Halbschattenapparat gleich beschattet erscheinen.

Das Resultat der Nullpunktabelung wird bei beiden Apparaten in gleicher Weise festgestellt. Man liest an der mit einem Nonius versehenen Skala des Apparates, welche man durch Verschiebung eines zur Beobachtung derselben dienenden Fernrohrs und durch Beleuchtung mit einer Kerze scharf sichtbar machen kann, das Resultat der Einstellung ab. Auf dem festliegenden Nonius ist der Raum von 9 Theilen der Skala in 10 gleiche Theile getheilt. Der Nullpunkt des Nonius zeigt die ganzen Grade an, die Theilung des Nonius wird zur Ermittlung der zuzuzählenden Zehntel benutzt. Wenn der Nullpunkt des Apparats richtig steht, so muss die ihn bezeichnende Linie mit der des Nullpunkts des Nonius zusammenfallen. Ist dies nicht der Fall, so muss die gefundene Abweichung notirt und nachher bei der Polarisation in Anrechnung gebracht werden.

Man begnügt sich nicht mit einer Einstellung des Nullpunkts, sondern macht 5 bis 6 Einstellungen und berechnet das Mittel der dabei gefundenen Abweichungen. Geben einzelne Ableesungen eine Abweichung von mehr als $\frac{3}{10}$ Theilstriichen von dem Durchschnitte, so werden dieselben als unrichtig ganz ausser Betracht gelassen. Zwischen je zwei Beobachtungen gönnt man dem Auge 20 bis 40 Secunden Ruhe.

Hat man mehrere Analysen neben einander auszuführen, so ist es nicht nöthig, vor jeder einzelnen den Nullpunkt einzustellen, sondern es genügt, wenn dies nach Verlauf einer Stunde von Neuem geschieht.

Polarisation der Lösung. Nachdem die Nullpunkteinstellung stattgefunden hat, wird das Rohr mit der Zuckerlösung in den Apparat gelegt. Man wiederholt jetzt die Scharfeinstellung des Fernrohrs, bis der Faden, welcher das Gesichtsfeld theilt, wieder deutlich sichtbar und ein scharfes kreisrundes Bild des Gesichtsfeldes erzielt wird. Bleibt das Gesichtsfeld auch nach geeigneter Veränderung der Einstellung getrübt, so muss die

ganze Untersuchung noch einmal von vorn begonnen werden. Hat man dagegen ein klares Bild erzielt, so dreht man die unter dem Fernrohre befindliche Schraube wieder so lange, bis im Farbenapparat Farbensgleichheit, im Halbschattenapparat gleiche Beschattung eingetreten ist. Hierauf liest man an der Skala denjenigen Grad, welcher zunächst dem Nullpunkt des Nonius steht, und an letzterem die Zehntelgrade ab. Wiederum führt man 5 bis 6 Beobachtungen mit Zwischenräumen von 10 bis 40 Sekunden aus und nimmt als Endresultat der Polarisirung den Durchschnitt der abgelesenen Grade. Zwischen den einzelnen Beobachtungen dreht man das Rohr im Apparat um einen Winkel von etwa 60°. Stand der Nullpunkt nicht genau ein, so muss man die Abweichung desselben hinzurechnen, wenn derselbe nach links, und abziehen, wenn er nach rechts verschoben war; auch ist erforderlichenfalls die Ablesung in Rücksicht auf die Anwendung von Kohle zur Klärung in der oben angegebenen Weise zu corrigiren.

Controle der Richtigkeit des Apparates. Jedes Polarisationsinstrument muss vor seiner ersten Ingebrauchnahme und auch später von Zeit zu Zeit, besonders wenn es starken Erschütterungen ausgesetzt gewesen ist, auf seine Richtigkeit geprüft werden, indem man den Nullpunkt einstellt und die Skala mittels sogenannter Normalquarzplatten, deren Polarisirung bekannt ist, prüft. Auch kann die Prüfung mittels 26,048 g chemisch reinem Zucker erfolgen, dessen Lösung genau 100 Grad polarisiren muss, wenn der Nullpunkt richtig steht.

Bei der Controle der Richtigkeit des Apparats ergeben sich für Halbschattenapparate mitunter dadurch Schwierigkeiten, dass eine völlige Gleichheit der beiden Hälften des Gesichtsfeldes sich nicht erzielen lässt. Eintretendenfalls hat man statt des gewöhnlichen Fernrohrs ein solches mit einer dünnen Platte von rothem chromsauren Kali einzusetzen, welche die Farbenungleichheit beseitigt. Alsdann gelingt die Einstellung des richtigen Punktes auch denjenigen, welche im Gebrauch des Apparats weniger geübt sind.

Anlage D.

Bestimmungen zur Ausführung des § 6 des Gesetzes vom 31. Mai 1891, die Besteuerung des Zuckers betreffend.

Zu Ziffer 1 des § 6.

Zuckerhaltige Fabrikate, welche nicht unter ständiger amtlicher Überwachung hergestellt worden sind.

Bezeichnung der vergütungsfähigen Fabrikate.

§ 1. Für die nachbezeichneten Waaren, nämlich:

A. Chocolate;

B. Conditorenwaaren, und zwar:

a) Caramellen (Bonbons, Boltjes) mit Ausnahme der Gummibonbons,

b) Dragées (überzuckerte Samen und Kerne unter Zusatz von Mehl),

c) Raffinadezeltchen (Zucker mit Zusatz von ätherischen Ölen oder Farbstoffen),

d) Schaumwaaren (Gemenge von Zucker mit einem Bindemittel, wie Eiweiss, nebst einer Geschmacks- oder Heilmittelzutat),

e) Dessertbonbons (Fondants, Pralinés, Chocolatebonbons etc. aus Zucker und Einlagen von Marmelade, Früchten oder Chocolate),

f) Marzipanmasse und Marzipanfabrikate (Zucker mit zerquetschten Mandeln),

g) Cakes und ähnliche Backwaaren,

h) verzuckerte Süd- und einheimische Früchte, glasirt oder candirt; in Zuckerauflösungen eingemachte Früchte (Marmeladen, Pasten, Compots, Gelées);

C. zuckerhaltige, alkoholische Flüssigkeiten als:

a) versüsste Spirituosen (Liköre),

b) mit Alkohol versetzte und mit Zucker eingekochte Fruchtsäfte (Fruchtsyrup) und Fruchtbranntweine;

D. sogenannten flüssigen Raffinadezucker, welcher nach dem der Firma Sachsenroeder & Gottfried zu Leipzig patentirten Verfahren hergestellt worden ist, und

E. den nach dem deutschen Reichspatent No. 35 487 hergestellten und als sogenannter „Fruchtzucker“ in den Handel gebrachten Invertzuckersyrup,

wird, wenn zu ihrer Herstellung im freien Verkehr befindlicher Zucker verwendet worden ist, bei der Ausfuhr oder der Niederlegung in öffentlichen Niederlagen oder Privatniederlagen unter amtlichem Mitverschluss die Zuckersteuer für den verwendeten Zucker vergütet

Anlage E.

Anleitung zur Ermittlung des Zuckergehalts der zuckerhaltigen Fabrikate.

Nach § 3 der Bestimmungen zur Ausführung des § 6 des Zuckersteuergesetzes (Anlage D der Ausführungsbestimmungen) darf für zuckerhaltige Fabrikate mit Ausnahme der stärkezuckerhaltigen Caramellen die Vergütung der Zuckersteuer nur gewährt werden, wenn sie ohne Mitverwendung von Honig und Stärkezucker hergestellt sind. Während die Nichtverwendung von Honig durch die Controle der Fabrik und der Fabrikationsbücher gesichert wird, ist die Nichtverwendung von Stärkezucker durch die chemische Untersuchung von Proben der Fabrikate auf Stärkezuckergehalt zu controliren. Diese Untersuchung hat nach den bezüglichen Vorschriften im Abschnitt 1 der Anlage B der Ausführungsbestimmungen zu erfolgen, jedoch mit der Maassgabe, dass bei zuckerhaltigen Fabrikaten das Vorhandensein von Stärkezucker angenommen werden soll, wenn die Linksdrehung der zu untersuchenden Lösung nach der Inversion auf 100 Theile des bei der directen Polarisirung ermittelten Zuckergehalts — 28 oder weniger beträgt.

Der Zuckergehalt der stärkezuckerfreien zuckerhaltigen Fabrikate ist auf verschiedene Weise festzustellen, je nachdem dieselben weniger als 2 Proc. oder 2 Proc. oder mehr Invertzucker enthalten. In Folge dessen ist zunächst die Untersuchung der Fabrikate auf Invertzuckergehalt nach den Vorschriften des Abschnitts 1 der Anlage A

der Ausführungsbestimmungen mit der Abweichung vorzunehmen, dass die mit der Fehling'schen Lösung zu kochende Zuckerlösung nicht 10 g der Substanz, sondern 10 Proc. Polarisation zu entsprechen hat.

Von zuckerhaltigen Fabrikaten, welche weniger als 2 Proc. Invertzucker enthalten, wird der Zuckergehalt nach der Clerget'schen Methode festgestellt, wobei die Inversion genau nach den bezüglichen Vorschriften des Abschnitts 1 unter a der Anlage B der Ausführungsbestimmungen zu bewirken und aus der Summe der beiden Polarisationen (vor und nach der Inversion) der Zuckergehalt mit Hilfe der Formel:

$$Z = \frac{100 S}{142,66 - \frac{1}{2} t}$$

zu berechnen ist, in welcher Z den Zuckergehalt, S die Summe der beiden Polarisationen für das Normalgewicht und t die Temperatur bedeutet, bei welcher die Polarisationen vorgenommen worden sind. Die Constante (C) 142,66 setzt die Anwendung des halben Normalgewichts (13,024 g) Zucker bei der Beobachtung voraus und ist jedesmal entsprechend der zur Inversion angewandten Substanzmenge durch eine andere Zahl zu ersetzen. Die letztere ergibt sich aus folgender Tabelle:

Für g Zucker in 100 cc	ist C einzu- setzen mit	Für g Zucker in 100 cc	ist C einzu- setzen mit
1	141,85	11	142,52
2	141,91	12	142,59
3	141,98	13	142,66
4	142,05	14	142,73
5	142,12	15	142,79
6	142,18	16	142,86
7	142,25	17	142,93
8	142,32	18	143,00
9	142,39	19	143,07
10	142,46	20	143,13

Ergibt beispielsweise nach dem Auffüllen des Normalgewichts zu 200 die directe Polarisation im 200 mm-Rohre + 30, so berechnet sich für die invertierte Lösung, welche 75 cc der ursprünglichen Lösung einschliesst, eine directe Polarisation von + 22,5. Da 100 Polarisation 26,048 g Zucker entsprechen, so kommen auf 22,5 Polarisation 5,86 g oder rund 6 g Substanz, nach der Tabelle hat sonach die Constante 142,18 zur Anwendung zu gelangen. Angenommen, es sei bei 20° eine Linksdrehung von 7,1 beobachtet, so entspricht dies für das halbe Normalgewicht einer solchen von $-\frac{7,1 \cdot 100}{75} = -9,47$ und für das ganze Normalgewicht einer solchen von - 18,94. Da die directe Polarisation für das ganze Normalgewicht + 60 beträgt, so berechnet sich der Zuckergehalt auf

$$100 \cdot \frac{60 + 18,94}{142,18 - 10} = 59,72$$

oder abgerundet 59,7 Proc. Die Abrundung erfolgt in der Art, dass geringere Bruchtheile als volle Zehntel unberücksichtigt bleiben.

Der Zuckergehalt derjenigen Fabrikate, welche 2 Proc. oder mehr Invertzucker enthalten, ist nach der im Abschnitt 1 der Anlage B der Ausführungsbestimmungen angegebenen Kupfermethode zu bestimmen. Man invertirt eine Probe der Zucker-

lösung nach der dort angegebenen Vorschrift, ermittelt in ähnlicher Weise, wie für die Invertzuckerbestimmung bei stärkezuckerhaltigen Abläufen vorgeschrieben ist, die in jedem einzelnen Falle anzuwendende Substanzmenge und kocht 3 Minuten mit Fehling'scher Lösung. Die der gefundenen Kupfermenge entsprechende Rohrzuckermenge ist der folgenden Tabelle zu entnehmen:

Tabelle zur Berechnung des dem vorhandenen Invertzucker entsprechenden Rohrzuckergehaltes aus der gefundenen Kupfermenge bei 3 Minuten Kochdauer.

Kupfer	Rohr- zucker	Kupfer	Rohr- zucker	Kupfer	Rohr- zucker	Kupfer	Rohr- zucker
mg	mg	mg	mg	mg	mg	mg	mg
79	40,0	125	62,8	171	86,3	216	109,9
80	40,5	126	63,3	172	86,8	217	110,5
81	41,0	127	63,8	173	87,3	218	111,1
82	41,5	128	64,3	174	87,8	219	111,6
83	42,0	129	64,8	175	88,3	220	112,2
84	42,5	130	65,3	176	88,9	221	112,7
85	42,9	131	65,8	177	89,4	222	113,2
86	43,4	132	66,3	178	89,9	223	113,7
87	43,9	133	66,8	179	90,4	224	114,3
88	44,4	134	67,3	180	91,0	225	114,8
89	44,9	135	67,8	181	91,5	226	115,4
90	45,4	136	68,3	182	92,0	227	115,9
91	45,9	137	68,8	183	92,5	228	116,4
92	46,4	138	69,4	184	93,1	229	117,0
93	46,8	139	69,9	185	93,6	230	117,5
94	47,3	140	70,4	186	94,1	231	118,1
95	47,8	141	70,9	187	94,6	232	118,6
96	48,3	142	71,4	188	95,1	233	119,2
97	48,8	143	71,9	189	95,7	234	119,7
98	49,3	144	72,4	190	96,2	235	120,3
99	49,8	145	72,9	191	96,7	236	120,8
100	50,3	146	73,4	192	97,2	237	121,3
101	50,8	147	73,9	193	97,7	238	121,8
102	51,3	148	74,5	194	98,3	239	122,4
103	51,8	149	75,0	195	98,8	240	122,9
104	52,3	150	75,5	196	99,3	241	123,5
105	52,8	151	76,0	197	99,8	242	124,0
106	53,3	152	76,5	198	100,4	243	124,6
107	53,8	153	77,0	199	100,9	244	125,1
108	54,3	154	77,5	200	101,4	245	125,7
109	54,8	155	78,0	201	101,9	246	126,2
110	55,3	156	78,5	202	102,5	247	126,8
111	55,8	157	79,0	203	103,1	248	127,3
112	56,3	158	79,6	204	103,6	249	127,9
113	56,8	159	80,1	205	104,1	250	128,4
114	57,3	160	80,6	206	104,6	251	128,9
115	57,8	161	81,1	207	105,2	252	129,4
116	58,3	162	81,6	208	105,7	253	130,0
117	58,8	163	82,1	209	106,2	254	130,6
118	59,3	164	82,6	210	106,7	255	131,1
119	59,8	165	83,2	211	107,3	256	131,7
120	60,2	166	83,7	212	107,8	257	132,2
121	60,7	167	84,2	213	108,4	258	132,8
122	61,2	168	84,7	214	108,9	259	133,3
123	61,7	169	85,2	215	109,4	260	133,9
124	62,2	170	85,7				

Hierauf wird der Procentgehalt des Zuckers berechnet und demnächst der Gesamtzuckergehalt als Rohrzucker in Procenten der Substanz ausgedrückt. Geringere Bruchtheile als volle Zehntel-Procente bleiben unberücksichtigt.

Bezüglich der Herstellung der Substanzlösung ist im Allgemeinen zu bemerken, dass es in der Regel nicht zulässig ist, die festen Substanzen

(Chokolade u. s. w.) ebenso wie bei den Digestionsmethoden der Rübenuntersuchung mit Wasser in einem Kölbchen bis zur Marke aufzufüllen, weil der durch das Volumen der unlöslichen Bestandtheile verursachte Fehler oft zu erheblich sein würde. Es ist daher in der Regel die Lösung erst nach der Filtration und dem Auswaschen des Rückstandes zu einem bestimmten Volumen aufzufüllen.

Bezüglich der Untersuchung der vergütungs-fähigen zuckerhaltigen Fabrikate ist im Einzelnen noch Folgendes hervorzuheben:

A. Chokolade. Man feuchtet zweckmässig das Normalgewicht mit etwas 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 filtrirt, wobei die Flüssigkeit ohne Schaden trübe durchgehen kann, und der Rückstand mit heissem Wasser nachgewaschen. Das Filtrat wird nach der Klärung mit etwa 10 cc Bleiessig $\frac{1}{4}$ Stunde lang stehen gelassen, darauf mit Alaun und einigen Tropfen Thonerdehydrat geklärt und schliesslich zu einem geeigneten Volumen (etwa 200 cc) aufgefüllt.

B. Conditorewaaren. a) Caramellen (Bonbons, Boltjes) mit Ausnahme der nicht vergütungs-fähigen Gummibonbons. Bezüglich derjenigen Caramellen, welche vom Anmelder als stärkezuckerhaltig bezeichnet worden sind, ist durch die Untersuchung festzustellen, dass sie mindestens 80 Grad Rechtsdrehung und 50 Proc. Zucker nach Clerget zeigen. Andernfalls sind sie als nicht vergütungs-fähig zu bezeichnen.

Caramellen, welche als stärkezuckerfrei angemeldet sind, müssen zunächst auf Stärkezucker-gehalt geprüft werden. Ist kein Stärkezucker vorhanden, so erfolgt die Untersuchung wie bei den Raffinadezeltchen.

b) Dragées (überzuckerte Samen und Kerne unter Zusatz von Mehl). Dragées werden ähnlich wie Chokolade ausgezogen. Dieselben enthalten fast stets Invertzucker.

c) Raffinadezeltchen (Zucker mit Zusatz von ätherischen Ölen oder Farbstoffen). Der feste Rückstand kann vernachlässigt werden. Man füllt daher das Normalgewicht der Probe direct im 100-Kolben zur Marke auf und nimmt die Filtration erst nachträglich vor.

d) Schaumwaaren (Gemenge von Zucker mit einem Bindemittel, wie Eiweiss, nebst einer Geschmacks- oder Heilmittelzuthat). Die meist nur in geringen Mengen vorhandenen Bindemittel (Eiweiss, Gelatine, arabisches Gummi, Tragantgummi oder Leim) sind mittels Bleiessig oder Thonerde zu entfernen.

Die zu den Schaumwaaren gehörigen Santoninzelchen enthalten linksdrehendes santoninsaures Natron. Es ist deshalb Zusatz von Bleiessig erforderlich, durch welchen die Santoninsäure ausgefällt wird.

e) Dessertbonbons (Fondants, Pralinées, Chokoladenbonbons etc. aus Zucker und Einlagen von Marmelade, Früchten oder Chokolade). Die Probe wird mit Wasser gelöst. Bleibt wenig Rückstand, so kann ohne Weiteres zur Marke aufgefüllt werden; andernfalls muss zuvor Filtration erfolgen.

f) Marzipanmasse und Marzipanfabrikat (Zucker mit gequetschten Mandeln). Das Material wird zweckmässig mit kaltem Wasser in einer Porzellanschale zerrieben und vor der Filtration mit viel Thonerdebrei geklärt. Marzipan ist in der Regel frei von Invertzucker.

g) Cakes und ähnliche Backwaaren. Man extrahirt den Zucker mit 85- bis 90-grädigem Alkohol, filtrirt durch Asbestfilter und untersucht das Filtrat, nachdem der Alkohol verjagt worden ist.

h) Verzuckerte Süd- und einheimische Früchte, glasirt oder candirt; in Zuckerauflösungen eingemachte Früchte (Marmelade, Pasten, Compots, Gelées). Soweit das Material fest ist, muss besondere Sorgfalt auf die Herstellung einer Durchschnittsprobe von homogener Beschaffenheit, z. B. durch Erwärmen und Verrühren gelegt werden. Den Zucker extrahirt man, wie vorstehend bei g) angegeben. Es wird in der Regel Invertzucker vorhanden sein.

C. Zuckerhaltige alkoholische Flüssigkeiten. Bei der directen Polarisation wirkt der Alkoholgehalt nicht störend; vor der Inversionspolarisation muss der Alkohol jedoch verjagt werden.

D. Sogenannter flüssiger Raffinadezucker. Der flüssige Raffinadezucker enthält in der Regel Invertzucker. Die Untersuchung kann sich darauf beschränken, dass mindestens ein Zucker-gehalt von insgesamt 75 Proc. vorhanden ist.

Schlussbestimmung. Über jede Untersuchung ist der Amtsstelle, welche die Probe eingekendet hat, eine schriftliche Befundsbescheinigung zu übermitteln, welche ausser der genauen Bezeichnung der Probe Angaben über die Art und das Ergebniss der stattgehabten Ermittlungen und den aus denselben berechneten procentualen Zucker-gehalt zu enthalten hat.

Patentanmeldungen.

Klasse:

(R. A. 2. Juni 1892.)

8. F. 5772. Verfahren zur Erzeugung von **Disazofarbstoffen** auf der Faser. — Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co. in Elberfeld. 18. Dec. 1891.
- F. 5925. Verfahren zur Erzeugung von **Disazofarbstoffen** auf der Faser. (Zus. z. Patentanm. F. 5772.) — Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co. in Elberfeld. 11. März 1892.
- G. 7102. Vorrichtung zum Beizen, **Färben** und Spülen von Strähnengarn. — Otto Graf in Kottbus. 7. Nov. 1891.
- G. 7189. Apparat zum Waschen, Bleichen, **Färben** u. s. w. von Garn in aufgewickelter Zustand. — A. Graemiger und J. Graemiger in Edenfield b. Bury, Lancaster. 24. Dec. 1891.
- L. 7063. Verfahren, einfarbige Seiden- und **Wollenplüschs**, sowie Sammet ohne Anwendung von Pression und Verdickungsmassen in gemusterte mehrfarbige umzuwandeln. — Dr. M. Liebert in Bradford, England. 18. Nov. 1891.
10. A. 2966. **Presskohlen**. — M. Alföth in Berlin N.W. 7. Dec. 1891.
12. H. 11 510. Apparat zum **Lösen** fester Körper. W. Herzberg in Berlin N.W. 23. Sept. 1891.
22. G. 6743. Verfahren zur Darstellung beizenfärbender, basischer **Farbstoffe** aus Pyrogallol und Amidobenzophenonderivaten. (Zus. z. Pat. No. 58 689.) — Gesellschaft für chemische Industrie in Basel. 24. April 1891.
23. K. 9670. **Seifestücke** mit einer bis zum Anfrähen des Stückes bleibenden Bezeichnung. — Carl Kloeble in Frankfurt a. M. 29. April 1892.

48. E. 3148. Verfahren zur Erleichterung des Ablöses **elektrolytisch** hergestellter Röhren vom Dorne. — Elmore's German & Austro-Hungarian Metal Company Limited in London. 11. April 1891.
- W. 8261. Herstellung galvanischer Überzüge auf **Aluminium**. — G. Wegner in Berlin S.O. 25. März 1892.

(R. A. 7. Juni 1892.)

8. G. 7094. Verfahren und Vorrichtung zum **Färben**, Beizen und Imprägniren von Leder und dergl. unter Druck. — J. Goldschmidt in Fürth, Bayern. 28. Oct. 1891.
12. A. 2868. Verfahren zur Herstellung von feinkörnigem **Borax**. — Jesse Ascough in Handsworth, England. 31. Juli 1891.
- F. 5335. Verfahren zur Darstellung von basisch gallussäurem **Wismuth**. — Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning in Höchst a. M. 6. April 1891.
- R. 6618. Verfahren zur Darstellung von **Para-Äthoxyphenylhydrazin** und Para-Äthoxyhydracetin. — J. D. Riedel in Berlin N. 14. Mai 1891.
22. B. 11 761. Verfahren zur Darstellung eines bister-braunen **Farbstoff**. — F. Binder in Mülhausen i. Els. 16. März 1891.
- D. 4977. Verfahren zur Darstellung blauer Farbstoffe aus **Gallocyanin**. (Zus. z. Pat. No. 57 459.) — L. Durand, Huguenin & Cie in Hünningen, Elsass. 18. Dec. 1891.
- D. 5038. Verfahren zur Darstellung einer **Monosulfosäure** des α_1 - α_2 -Amidoacetnaphthalids. — Dahl & Co. in Barmen. 18. Dec. 1891.
- F. 5237. Verfahren zur Darstellung von Farbstoffen aus **Alizarinbordeaux**. (Zus. z. Pat. No. 62 018.) — Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co. in Elberfeld. 20. Febr. 1891.
- F. 5742. Verfahren zur Darstellung von **Farbstoffen** der Alizarin-Cyanin-Reihe. (Zus. z. Pat. No. 62 018.) — Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co. in Elberfeld. 2. Dec. 1891.
- F. 5941. Verfahren zur Darstellung rother Farbstoffe von saurem Charakter aus der Gruppe des m-Amidophenolphthaléins. — Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning in Höchst a. M. 17. März 1892.
- K. 9563. Verfahren zur Darstellung der (1. 3)- α -Naphtholsulfosäure. — Kalle & Co. in Biebrich a. Rh. 21. März 1892.
- P. 5532. Verfahren zur Herstellung von **Malleinewand**. A. v. Pereira in Stuttgart. 21. Dec. 1891.
23. M. 7749. Verfahren und Apparat zur continuirlichen, fractionirten Destillation von **Petroleum** und anderen Kohlenwasserstoffen. — Allan Mason in Brooklyn, V. St. A. 6. Jan. 1891.
39. K. 9587. Verfahren zur Herstellung einer plastirten Masse als Ersatzmittel für **Celluloid**. — Dr. Hugo Koller in Wien. 28. März 1892.

40. K. 9627. Gewinnung von **Antimon**. — Rudolph Koepp & Co. in Östrich i. Rheingau. 11. April 1892.

(R. A. 16. Juni 1892.)

8. M. 8682. Verfahren und Vorrichtung zum Bleichen mittels **Elektrolyse**. — Th. J. Montgomery in New-York. 9. Febr. 1892.
16. B. 12 224. Verfahren zum Anreichern von **phosphorsaurem Kalk**. — E. Brochon in Paris. 21. Juli 1891.
22. A. 2056. Verfahren zur Darstellung von **Azofarbstoffen** aus Dehydrothio-m-xyldimmonosulfosäure. — Actiengesellschaft für Anilinfabrikation in Berlin S.O. 10. Dec. 1888.
- E. 3296. Verfahren zur Darstellung der (2.4)-**Phenylen-diamin-1-sulfosäure**. — Dr. E. Erdmann und Dr. H. Erdmann in Halle a. S. 24. Nov. 1891.
- F. 5224. Verfahren zur Darstellung von **Trisazofarbstoffen**. (Zus. z. Pat. No. 57 331.) — Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co. in Elberfeld. 14. Febr. 1891.
- H. 12 225. Verfahren zur Darstellung von α -**Oxyvitinsäure**. — Dr. F. von Heyden Nachfolger in Radebeul bei Dresden. 21. April 1892.
40. C. 4076. Darstellung von **Nickel** und Kobalt unter Gewinnung von Kupfer als Nebenproduct. — J. de Coppet in Paris. 4. April 1892.
53. K. 9520. Herstellung von **Kaffeesurrogaten** aus Getreide und Malz. — Franz Kathreiner's Nachfolger in München. 7. März 1892.
- M. 8741. Herstellung keimfreier **Butter**. — Dr. G. Müller in Zerbst i. Anhalt. 29. Febr. 1892.

(R. A. 20. Juni 1892.)

10. M. 8804. Verfahren zur Herstellung von **Kohlenbriketts**. — J. N. Mörath und F. Schulz von Straznicki in Wieu. 29. März 1892.
22. D. 4996. Verfahren zur Darstellung eines schwarzen secundären **Disazofarbstoffes** aus α -Amidoacetnaphthalidmonosulfosäure. — Dahl & Comp. in Barmen. 21. Nov. 1891.
- F. 5128. Verfahren zur Darstellung von Sulfosäuren der stickstoffhaltigen **Alizarinfarbstoffe** des Patentes No. 62 019. (Zus. z. Pat. No. 62 019.) — Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co. in Elberfeld. 12. Dec. 1890.
- G. 7065. Verfahren zur Darstellung zweier **p-Amidophenoldisulfosäuren**. — Joh. Rud. Geigy & Co. in Basel. 15. Oct. 1891.
- G. 7301. Verfahren zur Darstellung einer **Dioxynaphtoemonosulfosäure** bez. deren Salzen. — Gesellschaft für chemische Industrie in Basel. 29. Febr. 1892.
- L. 7176. Verfahren zur Überführung von **Rhodaminfarbstoffen** in gelbere Farbstoffe durch Oxydationsmittel. — L. Leonhardt & Co. in Mülheim i. H. 20. Jan. 1892.
58. C. 4005. Verfahren zur Beseitigung des Kochgeschmacks sterilisirter **Milch** oder anderer Flüssigkeiten. — Calberla, Fitz & Consorten in Berlin. 2. Febr. 1891.

Deutsche Gesellschaft für angewandte Chemie.

Hauptversammlung in Freiberg.

Etwaige Anträge, Anmeldung von Vorträgen u. dgl. zu der am 8. bis 10. Sept. d. J. stattfindenden Hauptversammlung (vgl. S. 290 d. Z.) werden baldigst erbeten.

Zum Mitgliederverzeichniss.

Als Mitglied der Deutsch. Ges. f. ang. Chem. wird vorgeschlagen:

Dr. Richard Voigt, Fabrikbesitzer, i. F. Dr. Heinrich König & Cp. in Leipzig (durch M. Pröpper). (S. A.)

Der Vorstand.

Vorsitzender: **Dr. Krey**.
(Granschütz.)

Schriftführer: **Ferd. Fischer**.
(Göttingen, Wilh. Weber-Str.)