

Die zugelassenen 56,6 cc Luft enthalten 44,7 cc Stickstoff, die Gasprobe daher $72,2 - 44,7 = 27,5$ cc, somit $42,6 - 27,5 = 15,1$ cc brennbare Gase (V). Da die durch Verbrennung bewirkte Contraction $n = 18,4$, die gebildete Kohlensäure $k = 4,9$, so ergibt sich in bekannter Weise (Taschenbuch S. 49):

Kohlensäure	7,6 cc	15,1 Proc.
Kohlenoxyd	4,4	8,8
Methan	0,5	1,0
Wasserstoff	10,2	20,3
Stickstoff	27,5	54,8
	50,2	100,0

Bei einiger Übung kann man so eine bis auf $\frac{1}{5}$ Proc., also für alle technische Zwecke genügend genaue Analyse in etwa $\frac{1}{2}$ Stunde ausführen¹¹⁾. Für die gewöhnliche Betriebsaufsicht kann man die Vorrichtung noch dahin vereinfachen, dass D fehlt und LM mit Wasser gefüllt wird. — Für wissenschaftlich genaue Analysen ist Ablesen mit Fernrohr, Berechnung auf 0° und 1000 mm u. s. w. beizubehalten.

Über Butteruntersuchung.

Von

Dr. Eduard Spaeth.

(Mittheilung aus dem Laboratorium der kgl. Untersuchungsanstalt Erlangen.)

Die Bestimmung der einzelnen Bestandtheile der Butter, als welche bei der Beurtheilung ihrer Marktfähigkeit der Gehalt an Wasser, an Fett, an Nichtfett und auch an Kochsalz in Betracht kommen, ist nach den bestehenden Methoden als eine etwas umständliche, öfters auch ungenaue Resultate gebende zu bezeichnen.

Nach den fast allgemein angenommenen, so auch in den Vereinbarungen bayerischer Vertreter der angewandten Chemie angegebenen Normen der Beurtheilung darf eine Butter von guter Beschaffenheit nicht über 15 Proc. Nichtfett enthalten; eine solche mit mehr als 20 Proc. ist nicht mehr als marktfähig zu erachten. Zur Feststellung des Gehaltes an Nichtfett sind die Bestimmungen des Wassers, dann des Fettgehaltes ausreichend.

Die Bestimmungen des Wassergehaltes werden gewöhnlich in der Weise ausgeführt, dass in einer mit ausgeglühtem Sand halbgefüllten Platinschale 5 bis 10 g Butter abgewogen und dann $\frac{1}{2}$ Stunde lang auf dem kochenden Wasserbade und später im Trocken-schanke bei etwa 100° getrocknet werden,

¹¹⁾ Meinen Apparat fertigte Universitätsmechaniker W. Apel in Göttingen an.

oder es werden etwa 10 g Butter in einem Glasgefäß 6 Stunden lang unter Umschwenken bei 100° getrocknet.

Zur Bestimmung des Fettgehaltes werden etwa 5 g Butter in einer Porzellanschale geschmolzen und mit 20 g Gyps gemischt, dann 6 Stunden lang bei 100° getrocknet und das nach dem Erkalten trockene Pulver mit absolutem Äther im Extractionsapparate bis zur Erschöpfung behandelt; anstatt des Gypses allein sind auch Mischungen von Sand und Gyps empfohlen; das Trocknen geschieht auch in Hoffmeister'schen Schälchen.

Nun haben zahlreiche, doppelt ausgeführte Bestimmungen des Wasser- und Fettgehaltes in einer Butter äusserst selten zu übereinstimmenden Resultaten geführt, was auch leicht erklärlich wird, da das Wasser oder die Buttermilch, die bei der Bereitung der Butter nicht genügend entfernt oder die, was recht häufig zu beobachten ist, durch verschiedene Bearbeitung der Butter einverlebt werden, nie gleichmässig in der Butter vertheilt sein können. Es sind daher, indem zur Bestimmung des Wassergehaltes einerseits und des Fettgehaltes andererseits nach den angegebenen Untersuchungsmethoden verschiedene Mengen Butter in Anwendung gezogen wurden, aus den erhaltenen Zahlen des Wassers und des Fettes ganz unrichtige Schlüsse auf den Gehalt an Nichtfett (d. h. Casein, Albumin, Salze) gefolgert worden, wie nachstehend verzeichnete Resultate zeigen.

	Wassergehalt		Fettgehalt		Nichtfett	
	A	B	A	B	A	B
I	17,25	15,95	76,99	82,33	5,76	1,72
II	17,17	16,10	79,10	78,90	3,73	5,00
III	12,09	11,69	86,50	86,40	1,41	1,91
IV	12,94	10,59	86,30	88,30	0,76	1,11
V	16,90	16,80	82,00	83,00	1,10	0,20
VI	23,56	21,40	74,20	75,30	2,24	3,30

Um diese an und für sich nicht angenehmen Methoden, besonders die Methode der Fettbestimmung, zu umgehen und um es möglich zu machen, in einer abgewogenen Buttermenge Wasser, Fett, Kochsalz bestimmen und so zu sicheren Resultaten kommen zu können, wurde von mir bei Butteruntersuchungen nachstehende Methode, die in einem vollkommen einfachen Apparate zur Ausführung kommt, in Anwendung gezo-gen.

Der Apparat (Fig. 229) besteht aus einem Glasschiffchen in einer nur etwas grösseren Form, wie dieselben aus Blech von H. Vogel (Dingl. 237, 59) zur Untersuchung der Milch, zur Bestimmung des Trockenrückstandes und des Fettes empfohlen wurden, und aus einem Glasgefäß, das sich von einem gewöhnlichen

Wägegläschen nur dadurch unterscheidet, dass am Boden und im Glasdeckel, der eingeschliffen ist, je drei Öffnungen eingefügt sind*). Das äussere Glasgefäß wird in der Grösse hergestellt, dass es in einen Soxhletapparat grösserer Form eingestellt werden kann; das Schiffchen ist auf der Seite, die zu unterst in das Glasgefäß gebracht wird, abgeflacht und wird so gross genommen, dass es in das äussere Glas eingeschoben werden kann. Zur Benutzung des Apparates wird das Schiffchen zu $\frac{1}{3}$ mit kleinen erbsengrossen Stückchen ausgeglühten Bimssteins gefüllt, die untere Seite des Glasgefäßes mit einer etwa 1 bis 2 cm dichten Schicht gereinigten feinfaserigen Asbestes bedeckt, und der Apparat bei $105^{\circ} \frac{1}{2}$ bis 1 Stunde getrocknet.

Der Apparat wird erst gewogen in der Weise, dass man das Schiffchen neben dem

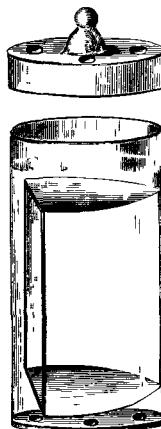


Fig. 229.

äusseren Gefäß auf die Waagschale stellt und nun von der Butter eine beliebige Menge (8 bis 10 g), die an verschiedenen Stellen der Probe entnommen ist, in das Schiffchen abgewogen. Man stellt darauf das Schiffchen mit Inhalt auf das Wasserbad, indem man sich zweckmässig eines zum Aufnehmen von gleich mehreren Schiffchen hergestellten Gestelles bedient und lässt etwa $\frac{1}{2}$ Stunde lang auf dem kochenden Wasserbade stehen; ein Umrühren mit einem mitabgewogenen kleinen Glasstäbe ist zweckmässig. Nach dieser Zeit gibt man das Schiffchen in den Trockenschrank und trocknet am besten bei einer Temperatur, die 100° wenig übersteigt, 2 bis $2\frac{1}{2}$ Stunde lang. Nach dem Erkalten des Schiffchens wird dasselbe in's Glasgefäß gegeben und gewogen. Differenz ist Wasser-

gehalt.

Zur Bestimmung des Fettgehaltes bringt man die Vorrichtung in einen Soxhletschen Extraktionsapparat, verbindet diesen mit einem mit der zur Extraction ausreichenden Menge von Äther gefüllten Kolben und extrahirt 4 bis 6 Stunden lang. Nach dieser Zeit ist alles Fett gelöst; der Äther im Kolben wird abdestillirt und das Fett bei 100 bis 105° 2 Stunden lang getrocknet; bei gleicher Temperatur wird der Apparat im Trockenschrank getrocknet. Durch Wägen des Kolbens erhält man das in der Butter

vorhandene Fett, durch Wiegen des Apparates (des Extraktionsrückstandes) kann die Richtigkeit der Untersuchung controlirt werden; wie zahlreiche vorgenommene Versuche, von denen einige Resultate nachstehend mitgetheilt sind, ergeben haben, erhält man bei Einhalten der angegebenen Zeit und Temperatur des Trocknens sehr gute Resultate:

Bezeichnung	Wasser- gehalt Proc.	Fett- gehalt Proc.	Nichtfett	
			(Casein, Albumin, Salze) Aus dem Wasser- und Fettgehalt berechnet	Durch direc- tes Wiegen des Extraktions- rückstandes
Sennbutter	11,64	86,30	2,06	1,94
Landbutter	16,30	82,40	1,30	1,30
-	12,09	86,06	1,85	1,80
- ¹⁾	44,35	50,69	4,96	4,89
Sennbutter	11,69	86,35	1,96	1,90
Landbutter	22,06	78,40	4,54	4,45
- ²⁾	14,03	88,4	2,57	2,52
			darin = 0,64 NaCl	

Die in der Litteratur enthaltenen Angaben, dass poröse Materialien, auch der Bimsstein, das in den Poren eingesogene Wasser und Fett schwer oder unvollständig abgeben, muss den angestellten Controlversuchen zufolge als unzutreffend bezeichnet werden.

Zu den in oben angegebener Weise hergerichteten Schiffchen gegebenes Wasser wurde nach dem Erhitzen der Schiffchen auf dem Wasserbade und zweistündigem Trocknen im Trockenschrank vollständig entfernt. Um zu controliren, ob nicht Wasser bei gleichzeitiger Anwesenheit von Fett im Bimsstein zurückgehalten wird, wurden, da Butter des nicht gleichmässig vertheilten Wassergehaltes wegen keine Verwendung finden konnte, die Versuche mit Milch angestellt; nachverzeichnete Resultate zeigen, dass auch hier das Wasser vollständig entfernt wird und dass diese Vorrichtung und unter Anwendung von Bimsstein, welch letzterer bereits

	Bestimmung des Trocken- rückstandes durch Ein- dampfen der Milch mit ausgeglühtem Quarzsand in der Platinsschale auf dem Wasserbade unter Umrühren mit einem Glasstäbe und 3ständiges Trocknen im Wasser- trockenschrank	Bestimmung des Trocken- rückstandes im Schiffchen mit Bimsstein, Eintrocknen auf dem Wasserbade und 3ständiges Trocknen im Wasser-trocken- schrank
I	11,19 Proc.	11,28 Proc.
II	9,16	9,17
III	12,30	12,30
IV	8,57	8,58
V	11,84	11,86
VI	10,39	10,36
VII	10,64	10,65
VIII	13,25	13,20

¹⁾ stark ranzig riechend.

²⁾ war eine mit Margarine vermischt Butter.

*) Die Glasschiffchen nebst Umhüllungsglas wurden von Glasbläser Hildenbrand in Erlangen hergestellt.

vor 2 Jahren von O. Henzold (Milchz. 1891, 20, 71) zur Bestimmung des Wasser gehaltes in der Butter empfohlen wurde, sehr zweckmässig zur Bestimmung der Trocken substanz in der Milch Verwendung finden kann.

Die Versuche, ob nicht Fett im Bimsstein zurückgehalten wird, wurden in der Weise angestellt, dass wasserfreie Fette (Schweinefett, Butterschmalz) in die mit Bimsstein gefüllten Schiffchen abgewogen und die letzteren, um ein vollkommenes Eindringen des Fettes in die Öffnungen des Bimssteines zu ermöglichen, $\frac{1}{2}$ Stunde im Trockenschrank erhitzt wurden. Nach dem Erkalten wurde das Schiffchen mit Inhalt in dem Apparate im Soxhlet'schen Apparate extrahirt. Nachstehend die Resultate:

Angewendete Menge Fett	Gefunden durch directes Wiegen des Kolbens	Gefunden durch Trocknen und Wiegen des Extractionsrückstandes
4,4190	4,420	4,413
4,4637	4,463	4,461
4,222	4,138	4,200
4,444	4,453	4,446
4,4056	4,06	4,05
4,691	4,599	4,66

In dem Extractionsrückstande kann auf einfache und bequeme Weise das Kochsalz, wenn diese Bestimmung in der Butter vorzunehmen ist, bestimmt werden; man gibt zu diesem Zwecke das Schiffchen mit dem Bimsstein in ein Becherglas, zu $\frac{1}{3}$ mit heissem Wasser gefüllt, spült das äussere Glasgefäß mit warmem Wasser aus, ebenso das Schiffchen, das man nach $\frac{1}{2}$ stündigem Liegen im Becherglas herausnimmt, und titriert in der Flüssigkeit im Becherglas direct, ohne den Bimsstein zu entfernen, mit Silbernitratlösung das vorhandene Kochsalz. Dasselbe wird vollständig aus dem Bimssteine nach $\frac{1}{2}$ stündigem Liegen desselben im warmen Wasser gelöst, wie die ausgeführten Versuche ergeben haben; es wurden in die mit Bimsstein zum Theil gefüllten Schiffchen 5 cc einer $\frac{1}{10}$ Normalchlornatriumlösung gegeben, die Schiffchen auf dem Wasserbade erhitzt, nach der Entfernung des Wassers eine beliebige Menge eines Fettes hinzugefügt und das Schiffchen mit Inhalt im Trockenschrank 1 Stunde getrocknet. Nach dem Extrahiren des Fettes mit Äther wurde der getrocknete Rückstand zur Bestimmung des Kochsalzes, wie oben angegeben, behandelt.

Es wurden in 4 Versuchen zum Titiren des Chlornatriums verbraucht 4,9, 4,8, 5,0, 4,95 cc $\frac{1}{10}$ Silbernitratlösung.

Wird die gefundene Kochsalzmenge von dem gewogenen Extractionsrückstande in Abzug gebracht, so erhält man in dem Reste

die ungefähre Menge des vorhandenen Caseins, sowie die geringe Menge stets vorhandenen Milchzuckers.

Besondere Vortheile der kleinen Vorrichtung sind außer der bequemen Handhabung das reinliche Arbeiten, ein billiges, wasser- und fettfreies Eintrocknungsmaterial und eine schnelle und einfache Reinigung nach dem Gebrauche.

Das äussere Glasgefäß der Vorrichtung kann ferner noch sehr brauchbare und praktische Verwendung finden zur Bestimmung alkoholischer, ätherischer Extracte in Gewürzen, Vegetabilien u. s. w., bei welcher der extrahierte und getrocknete Rückstand zur Wägung kommen soll.

Zur Kenntniss des Aluminiumverfahrens der Gegenwart.

Von

Alfred H. Bucherer.

Die Darstellung von Aluminium durch Elektrolyse von Thonerde, welche in geschmolzenem Kryolith gelöst ist, besitzt vor früheren Methoden wesentliche Vorzüge.

Dieses Verfahren lässt sich auf Laboratoriumsversuche von Deville zurückführen. In einer kleinen Schrift vom Jahre 1859 beschreibt derselbe ein Verfahren, welches darin bestand, geschmolzenen Kryolith durch den elektrischen Strom zu zersetzen und den Kryolith durch Anwendung thonerdehaltiger Anoden zu regenerieren. Bei dieser Methode wurde Deville unzweifelhaft von der Analogie der chemischen Darstellung des Aluminiums geleitet. Ebenso wie durch Einwirkung von Chlor auf eine Mischung von Thonerde und Kohle Chloraluminium und Kohlenoxyd gebildet wird, so sollte das durch die Elektrolyse von Kryolith freigewordene Fluor auf die Mischung von Thonerde und Kohle der Anode einwirken und auf diese Weise das Aluminiumfluorid, welches durch die Elektrolyse verbraucht wird, ersetzen. Deville führte die zur Schmelzung erforderliche Wärme von aussen zu. Wenn schon letzterer Umstand wegen Unhaltbarkeit der Elektrolysegefässe unüberwindliche technische Schwierigkeiten verursachte, so war auch die Verwendung thonerdehaltiger Anoden, welche einen sehr hohen specifischen Widerstand besitzen, mit bedeutendem Energieverlust verbunden; abgesehen davon, dass es unmöglich war, das richtige Verhältniss von Kohle und Thon-