

Neue Laboratoriumsapparate.

Von

Dr. Peters und Rost.

1. Korkbohr- und Locheisen-Schärfer.

Während die Korkbohrer durch das bisher übliche Stahlmesser sehr bald schartig und für den Gebrauch untauglich werden, ermöglicht dieses aus feinkörnigem Schmiergel gepresste Instrument ein tadelloses Schärfen



Fig. 231.

des Korkbohrers bei vollkommenster Schonung der Schneide. Der Kegel *a* (Fig. 231) dient zum Schärfen des inneren, der kegelförmig ausgebohrte Cylinder *b* zum Schärfen des äusseren Randes der Korkbohrer. Beide Theile sind durch den Holzgriff *c* verbunden.

2. Putzgefäß.

Für Laboratorien, in denen eine grössere Zahl von Reagensgläsern zu reinigen und, wo es nöthig ist, diese Reinigung durch Einlegen in concentrirte Schwefelsäure zu erleichtern, ist beistehend abgebildetes Gefäss aus Thon mit grossem Vortheil anwendbar. Es erspart das mit vielem Bruch verbundene Herausnehmen der Röhrchen mit einer Metallzange oder das Herausfischen mit einem Glasstab.

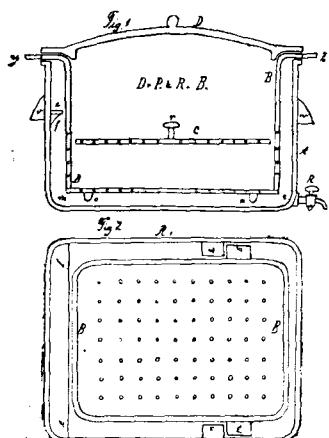


Fig. 232.

Fig. 1 zeigt das Gefäss im Durchschnitt, Fig. 2 im Querschnitt. In dem äusseren Gefäss *A* hängt ein Gefäss *B* mit durchlochtem Boden und theilweise durchlochten Seitenwänden; es hat unten 2 Vorsprünge *m* und *r*, die beim Anheben und Seitwärtschieben auf die Vorsprünge *n* und *s* des

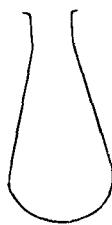
Gefässes *A* gesetzt werden, wobei zugleich eine Kante von *B* auf die in *A* angebrachte Leiste *ef* zu ruhen kommt. *C* ist eine starke, gelochte Thonplatte, die das Schwimmen der Röhrchen verhindert. In das mit Säure gefüllte Gefäss *A* wird *B*, in welchem sich die zu reinigenden Gläser befinden, eingehängt, nach einiger Zeit hochgestellt, nach dem Abtropfen der Säure vollends herausgehoben und die Gläser darin mit Wasser abgespült.

3. Erlenmeyerkolben mit rundem Boden und weitem Hals.

Diese neuen Kolben vereinigen die Vorteile der Erlenmeyer- mit denen der Rundkolben. Sie gestatten das leichte Entleeren und Reinigen bei breig oder schmierig werdenden Substanzen, oder solchen, die Niederschläge absetzen, und ermöglichen das genügende Eintauchen eines Thermometers bez. Rührers auch bei kleinen Flüssigkeitsmengen.

Fig. 233.

Alle drei hier beschriebenen Apparate werden von der Firma Dr. Peters & Rost in Berlin, N. 4 angefertigt.



Über den Einfluss der Gegenwart der Bleiacetate auf das Ergebniss der Bestimmung des Invertzuckers nach der Methode Fehling-Soxhlet.

Von

Arthur Bornträger.

Mit diesem Titel hatte ich vor einigen Jahren (Z. 1892, 333) Untersuchungen mitgetheilt, nach welchen in Gegenwart von Bleizucker oder Bleiessig in Flüssigkeiten weniger Invertzucker bei der Titrirung nach Fehling-Soxhlet gefunden wird, als in Abwesenheit der Bleisalze. Bei jenen Untersuchungen waren stets nur je 10 cc Fehling'scher Lösung titriert worden, und zwar ohne und mit Zusatz von Bleizuckerlösung bez. Bleiessig. Dabei hatte ich das Totalvolum der 2 Minuten zu kochenden Flüssigkeiten auf 55 bis 60 cc gebracht, was dem Arbeiten mit dem 4 fach verdünnten Fehling'schen Reagens und 1- bis 0,5 prozentigen Invertzuckerlösungen entspricht (Z. anal. 1895, 19).

Neuerdings habe ich nun festgestellt, dass auch für die anderen bei den Fehling-Soxhlet'schen Titrirungen in Betracht

kommenden Bedingungen jener Einfluss der Bleisalze besteht. Zu dem Ende wurden die Titrirungen, in Abwesenheit und in Gegenwart der Bleiacetate, sowohl mit etwa 0,5 proc. als mit ungefähr 1 proc. Zuckerlösungen und sowohl mit der unverdünnten als mit der verdünnten Fehling'schen Lösung ausgeführt. Im letzteren Falle bemaass man das Totalvolum der zu kochenden Mischungen derart, dass dasselbe den Verhältnissen beim Arbeiten mit der 4 fach verdünnten alkalischen Kupferlösung und mit 0,5- bis 1 proc. Invertzuckerlösungen entsprach. Jedesmal kamen 50 cc Fehling'sche Lösung zur Anwendung, welchen man bei Vornahme der Verdünnung 200 cc Wasser hinzufügte. Der Zusatz der Bleisalze geschah in der früher ausgeführten Weise. Zuerst wurden nämlich die 25 cc Kupfervitriollösung abgemessen, sodann je 5 cc Bleizuckerlösung oder Bleiessig hinzugefügt, wobei Bleisulfat ausfiel, und nun die alkalische Tartratlösung zugesetzt, welche das schwefelsaure Blei rasch wieder auflöste. In die kalten, klaren, bleifreien oder bleihaltigen Flüssigkeiten wurde das etwa erforderliche Wasser und darauf die Zuckerlösung eingetragen. Sodann erhitzte man schnell zum Sieden und erhielt 2 Minuten lang darin. In keinem der Fälle hat sich bei Anstellung der Endreaction im heissen Filtrate mit Ferrocyanium und Essigsäure eine Störung durch zu rasche Abscheidung von Ferrocyanblei (Z. 1892, 333) ergeben. Die verwendete Bleizuckerlösung hatte ich aus dem Salze von Trommsdorff hergestellt, welches ich dreimal umkristallisierte. Sie zeigte bei 15° ein spec. Gew. von 1,220. Der von Merck bezogene kupferfreie Bleiessig Ph. G. III. besass die Dichte 1,240 bei 15°. Bei den Berechnungen wurde mit Soxhlet angenommen, dass 50 cc Fehling'scher Flüssigkeit im unverdünnten bez. im verdünnten Zustande (4 Vol. Wasser) von 0,2470 bez. 0,2577 g Invertzucker reducirt werden.

Von den Resultaten dieser neueren Untersuchungen, über welche ich an anderer Stelle (D. Zucker 1895, 1169) ausführlich berichtet habe, gebe ich hier nur einige wieder. Diese finden sich in der beistehenden Tabelle vereinigt. Die ersten drei dort ausgeführten Versuche waren unter Vornahme der Verdünnung, die vier anderen ohne eine solche angestellt worden.

Auch diese Versuche zeigen, dass sich in Gegenwart namhafter Mengen von Bleizucker oder Bleiessig bei den Titrirungen stets sehr deutlich weniger Zucker ergibt als bei Fehlen der Bleisalze, sei es nun, dass das Fehling'sche Reagens verdünnt

worden war oder nicht, sowie dass man etwa 1- oder 0,5 proc. Zuckerlösungen angewendet hatte. Weiter hat sich noch ergeben, dass der Einfluss eines jeden der Bleiacetate ein stärkerer ist, wenn man die Verdünnung vornimmt, als bei Unterlassung der letzteren. Ausserdem ist bei Fortlassen der Verdünnung der Einfluss der Bleisalze ein etwas grösserer gewesen, wenn ungefähr 1 proc. als wenn etwa $\frac{1}{2}$ proc. Zuckerlösungen vorgelegen haben.

cc Zuckerlösung verbraucht			Proc. Invertzucker gefunden		
ohne Bleisalz	mit Bleizucker	mit Bleiessig	ohne Bleisalz	mit Bleizucker	mit Bleiessig
47,7	59,5	—	0,5403	0,4331	—
37,7	45,6	—	0,6836	0,5651	—
47,7	—	60,9	0,5403	—	0,4232
46,1	52,0	—	0,5358	0,4750	—
23,3	25,05	—	1,0601	0,9860	—
46,1	—	52,5	0,5358	—	0,4703
23,3	—	25,55	1,0601	—	0,9667

Erst kürzlich (S. 103 d. Z.) hatte ich geäussert, dass meines Wissens niemand vor mir auf die directe Beeinflussung der Resultate der Titrirungen von Invertzucker durch die blosse Gegenwart von Bleisalzen hingewiesen hätte. Diese Angabe muss ich dahin berichtigen, dass Gill (J. Chem. Soc. 1871, 9 S. 91) bereits lange vor mir erkannt hatte, wie bei Gegenwart von Bleiessig Invertzuckerlösungen scheinbar schwächer reduciren als in Abwesenheit des Bleisalzes. Gill's uns hier interessirende Aussagen beschränkten sich auf Folgendes: „Bei Anwendung von Bleiessig als Entfärbungsmittel ergibt sich ein Fehler für solche Zuckerlösungen, in welchen man die Glucose (Invertzucker) mit Fehling'scher Flüssigkeit bestimmen will. Die Gegenwart des Bleis führt hier zu einem viel zu niedrigen Resultate, da jenes ebenfalls theilweise reducirt wird, so dass ein grösseres Volum der Zuckerlösung anzuwenden ist. Um den Betrag des Fehlers erkennen zu lassen, welcher durch die Gegenwart von Blei bedingt sein kann, diene der folgende, aus vielen herausgegriffene Versuch. Um 10 cc des Fehling'schen Reagens zu reduciren, waren von einer Invertzuckerlösung 10 cc erforderlich. Wenn dagegen die letztere 10 Volumprocente Bleiessig enthielt, so erhob sich der Verbrauch auf 17 cc.“

Gegen die Zuverlässigkeit des Resultates von Gill und der meinigen könnte vielleicht jemand einwenden wollen, dass Gill keine Belege für die Reinheit seines Bleiessigs beigebracht hatte und dass ich nur hervorgehoben habe, wie der von mir benutzte kupferfrei gewesen sei. Ich könnte hierauf

erwidern, dass jedenfalls doch meine Versuche mit dem dreimal umkristallisierten Bleizucker maßgebend sein müssten.

Dass in der That die in Procenten ausgedrückten Ergebnisse der Titrirungen von Invertzuckerlösungen nicht etwa nur deshalb durch die Anwesenheit der Bleiacetate herabgesetzt worden waren, weil diese¹⁾ vielleicht unrein gewesen wären, sondern vielmehr durch die Gegenwart einer Bleiverbindung an sich, geht übrigens noch aus folgendem Versuche hervor. 50 cc Fehling'scher Lösung verbrauchten im verdünnten Zustande 36,05 cc einer Invertzuckerlösung. Als dagegen in den 50 cc des Reagens (in der Kälte) 1,5 g reines Bleisulfat (aus dem umkristallisierten Bleizucker mit reinem Glaubersalz gefällt, völlig gewaschen und bei 100° getrocknet) aufgelöst worden waren, was ziemlich leicht geschah, waren von der Zuckerlösung 40,10 cc erforderlich. Hier nach hätten sich bez. 0,6852 und 0,6160 Proc. Invertzucker ergeben. In Gegenwart von schwefelsaurem Blei ist somit erheblich zu wenig Zucker gefunden worden.

Betreffs der Frage, ob bei der Weinanalyse etwa überschüssig zugesetztes Blei vor den Titrirungen zu entfernen sei, wiederhole ich (d. Z. 1894, 236, 583; 1895, 103), dass das letztere bei der Untersuchung süßer und nicht süßer Weine ohne namhaften Einfluss bleibt, wenn man bei meiner Vorschrift (d. Z. 1889, 477; 1891, 340; 1894, 236, 454, 521, 554, 583) nicht mehr als $\frac{1}{10}$ vom Volum des Weines an Bleiessig Ph. G. III. anwendet, also die Maximalmenge, welche nach meinen Erfahrungen erforderlich sein kann. Nach meiner Vorschrift wird der Wein (z. B. 100 cc) in der Kälte vorsichtig mit Alkalilauge neutralisiert, auf etwa die Hälfte eingedampft, mit $\frac{1}{10}$ Volum (10 cc) Bleiessig Ph. G. III. entfärbt, zum anfänglichen Volum aufgefüllt, nach etwa 10 Minuten filtrirt, ohne nachzuwaschen, und nun titriert. Wenn weniger als 1 Proc. Zucker zugegen ist, so setzt man vor dem Auffüllen $\frac{1}{10}$ Volum (10 cc) kaltgesättigter Glaubersalzlösung hinzu, nur um durch Beseitigung des Bleis die Ausführung der Titrirungen zu erleichtern, bringt auf das ursprüngliche Volum, filtrirt nach 1 Stunde und titriert.

Auf die Frage, ob und wann auch für die Bestimmung des reducirenden Zuckers in Weinen mit Fehling'scher Lösung auf gewichtsanalytischem Wege (Allihn-Meissl) die vorherige Abscheidung des Bleis unter-

bleiben könne, gehe ich hier nicht ein. Seyda und Woy (S. 286 d. Z.), welche von süßen Weinen handelten, nahmen die Abscheidung vor, wozu sie Natriumphosphat verwendeten. Von letzterem hatte ich (Z. 1894, 521) nachgewiesen, dass es, unterschiedlich vom Carbonate und Sulfate, auch aus Süßweinen stets alles Blei zu entfernen im Stande ist, so dass die Filtrate selbst mit Schwefelammonium keinerlei Reaction auf Blei mehr liefern. Ich sagte daher, dass eine etwa angestrebte wirklich vollständige Entfernung des letzteren bei der Analyse von Mosten und süßen Weinen mit dem phosphorsauren Salze vorzunehmen sein würde²⁾. Auf Grund dessen haben Seyda und Woy vorgeschlagen, bei der Analyse süßer Weine die gewöhnlich zur Abscheidung des Bleis benutzte Soda durch phosphorsaures Natrium zu ersetzen. Die „Commission für Bearbeitung einer Weinstatistik in Deutschland“ hatte dagegen im Jahre 1893 beschlossen (Z. anal. 1893, 647), für die Bestimmung des Zuckers in Mosten und Weinen nach der gewichtsanalytischen Methode das überschüssig zugesetzte Blei mit Natriumsulfat abzuscheiden.

Unterlässt man die Beseitigung des Bleis bei der Weinanalyse, so würde nach dem Inhalte meiner gegenwärtigen Abhandlung eine bestimmte Menge Zucker zwar zu wenig Kupferoxydul liefern; in letzteres geht aber eine Bleiverbindung über, wie ich demnächst näher klarlegen werde. Es wäre nun zu untersuchen, ob und inwiefern sich die beiden so erwachsenden, in entgegengesetztem Sinne wirkenden Fehler bei der gewichtsanalytischen Methode etwa ausgleichen könnten. Dies Studium hätte man auch auf die invertzuckerhaltigen Rohstoffe, Abfall- und Halbprodukte u. s. w. der Zuckerindustrie auszudehnen.

Portici, Gabinetto di Tecnologia della R. Scuola Superiore di Agricoltura.

Elektrochemie.

Darstellung von Chlor bei der Elektrolyse von Salzsäure nach G. v. Knorre und M. Pückert (D.R.P. No. 83 565). Bei der elektrolytischen Zersetzung von reiner Salzsäure erhält man an der Anode nur dann ein reines Chlorgas, wenn die Säure mehr als 23 Proc. HCl enthält. Bei Anwendung

¹⁾ Essigs. Natrium beeinflusst die Titrirungen nicht (d. Z. 1894, 583, Anhang 3).

²⁾ Dies gilt selbstredend auch für andere, viel Lävulose enthaltende Flüssigkeiten.