

Luftdruckregulator für Destillation unter vermindertem Druck im Laboratorium.

Von
Dr. Albert Moye.

Bei der Destillation unter vermindertem Druck geschieht die Regulierung des Druckes im Apparate gewöhnlich mittels eines oder zweier hintereinander geschalteter Glashähne,

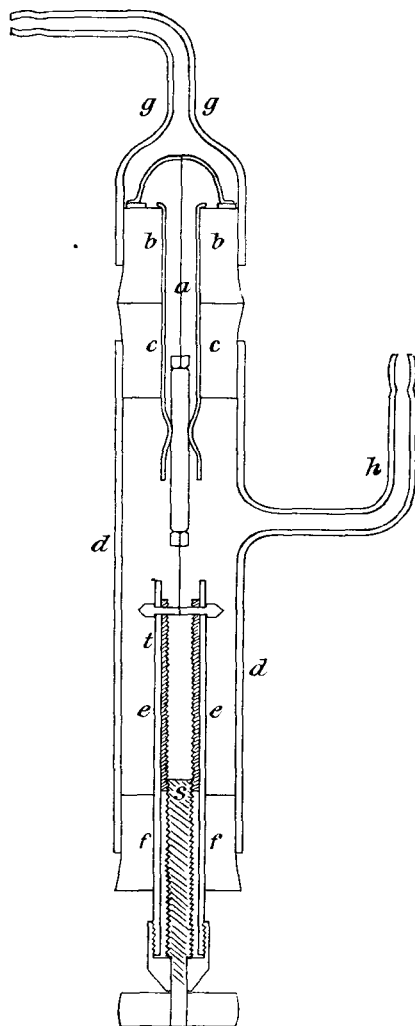


Fig. 1.

durch welche man einen schwachen Strom der äusseren Luft einführt. Die genaue Einstellung auf einen bestimmten Druck, wie bei Siedepunktsbestimmungen erforderlich, ist jedoch auf diese Weise nicht bequem erreichbar, besonders wenn der Druck schwankt, wie häufig bei Anwendung der Wasserstrahlpumpe.

Gelegentlich solcher Arbeiten stellte ich mir deshalb den durch nebenstehende Figur 1 erläuterten kleinen Apparat zusammen, welcher sich beim Gebrauch bewährte, indem

er die feinste Einstellung leicht und schnell ermöglichte.

Die an einer Stelle verengte Glasröhre *a* ist durch einen elastischen Gummifaden derart luftdicht verschlossen, dass letzterer bei Dehnung durch Zug leicht Luft durchströmen lässt. Die Glasröhre *a* ist durch die Gummistopfen *b* und *c* hindurchgeführt und mittels Stopfen *c* in das weite Glasrohr *d* eingesetzt. Das Glasrohr *d* ist am anderen Ende verschlossen durch den Gummistopfen *f*, welcher in seiner Bohrung das Messingrohr *e* trägt. Das luftdicht verschlossene Rohr *e* enthält die feststehende Schraube *s*, welche eine bewegliche Mutter

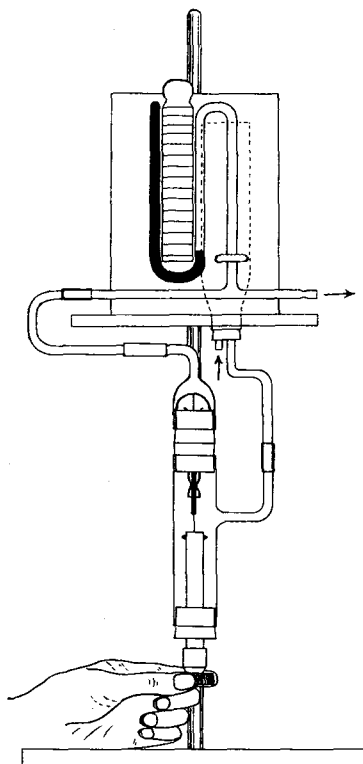


Fig. 2.

von gleicher Länge verschieben kann. Letztere wird geführt durch den Stift *t*, welcher sich in zwei geraden Längsschlitten von *e* bewegt. Der Gummifaden ist an dem Stifte *t* mittels Schnur befestigt, wird andererseits durch einen Bügel über dem Stopfen *b* festgehalten und kann nun durch die Schraube *S* gespannt werden. Der Anschluss an den Destillirapparat wird durch den Glashelm *g* vermittelt und durch das seitlich angeschmolzene Glasrohr *h* die äussere Luft zugelassen.

Es dürfte sich empfehlen, den Luftdruckregulator an einem Stativ unter dem Manometer zu befestigen, wie es die Figur 2 darstellt. Die einströmende Luft könnte

dann noch durch ein Wattefilter von Staub befreit werden, welches etwa hinter dem Manometer Platz fände.

Ein solcher Apparat ist in der Mechanischen Werkstätte von C. Desaga, Heidelberg ausgeführt worden.

Die quantitative Bestimmung eines Zusatzes von Neutralisationsmitteln im Biere.

Von

Eduard Spaeth.

Bei der XIV. Versammlung bayr. Vertreter der angew. Chem. habe ich in einem Vortrage (14. Versammlungsbericht 1895, S. 29) über die Erkennung und Bestimmung eines Zusatzes von Neutralisationsmitteln im Biere berichtet und eine Methode angegeben, die auch eine quantitative Bestimmung eines solchen Zusatzes gestattet, da es in gerichtlichen Fällen sowohl für den Richter, wie für den Sachverständigen von unbedingtem Vortheil ist, wenn die zugesetzte Menge des Neutralisationsmittels möglichst genau angegeben werden kann. Ich habe in meinen damaligen Ausführungen betont, dass die früher üblichen Bestimmungen, sei es durch Titriren der Asche und Berechnung des Verbrauches an Säure mit Berücksichtigung der für normale Bieraschen festgesetzten Werthe oder durch Bestimmung von Carbonaten in der Asche, oft nicht im Entferntesten wirkliche Resultate ergeben, und dass auch die seinerzeit in den Vereinbarungen bei der Beurtheilung der Biere niedergelegte Norm: „Biere, die eine über 0,3 Proc. liegende Asche und ausserdem eine niedere Säuremenge aufweisen, sind der Neutralisation verdächtig“, durchaus nicht immer als zutreffend anerkannt werden kann; ich habe beispielsweise Biere untersucht, die bei einem Aschengehalte von 0,246 und 0,273 Proc. neutralisirt waren; das Bier mit der letztgenannten Asche erforderte auch noch 2,6 cc norm. KOH zur Sättigung der Gesamtsäuren; beide Biere mit ihrem theilweise gar nicht hohem Gehalte an Asche und dem keineswegs niederen Säuregehalte würden wohl nach der früheren Norm kaum als der Neutralisation verdächtig oder gar als neutralisirte Biere zu beanstanden gewesen sein.

Ich möchte nun zu dieser meiner Methode, die sich gut bewährt hat und die auch von E. Prior, der sie prüfte, als brauchbar und

genaue Resultate gebend bezeichnet wurde, einiges berichtend mittheilen. Um verstanden zu werden, muss ich den von mir empfohlenen Gang und das Princip der Methode nochmals kurz erwähnen.

500 cc entkohlensäurtes Bier werden mit 100 cc Ammoniak versetzt und 12 Stunden — nach später vorgenommenen vergleichenden Versuchen genügen 4 bis 5 Stunden — stehen gelassen. Nach dieser Zeit wird der entstandene Niederschlag filtrirt und vom Filtrat zweimal je 60 cc (= 50 cc Bier entsprechend) eingedampft, verascht und in der Asche die Phosphorsäurebestimmung nach der Molybdänmethode vorgenommen.

250 cc des ammoniakalischen Filtrates werden, ohne das Ammoniak zu entfernen, mit 25 cc Bleiessig versetzt, tüchtig geschüttelt und nach 5 bis 6 stündiger Ruhe filtrirt. Vom Filtrate dampft man 200 cc auf etwa 30 bis 40 cc ein und verdünnt nach dem Erkalten wieder auf 200 cc, worauf man nach Zugabe einiger Tropfen Essigsäure Schwefelwasserstoff einleitet. Der überschüssige Schwefelwasserstoff wird entfernt durch Durchleiten eines kräftigen Luftstromes, das Schwefelblei abfiltrirt und vom Filtrate 150 cc in der Platinschale eingedampft und verascht, was bald erreicht ist. Die vollkommen weisse Asche wird mit heissem Wasser aufgenommen und darin das vorhandene Alkali bestimmt.

Was bei der Ausführung der Methode bezweckt wird, dürfte ziemlich klar liegen. Durch den Ammoniakzusatz werden zuerst die vorhandenen Phosphate des Calciums und Magnesiums ausgefällt; die Entfernung des Kalkes und der Magnesia ist eine vollständige und quantitative. Aus dem Filtrat wird durch den Bleiessig das an Kali gebundene Phosphat entfernt, da die Entfernung der Phosphate als Grundbedingung einer genauen Bestimmung des Neutralisationsmittels schon längst erkannt war. Die im Filtrate von der Fällung der Phosphate des Calciums und Magnesiums vorgenommene Bestimmung der Phosphorsäure, die der Genauigkeit halber doppelt vorzunehmen ist, hat den Zweck, die Menge Alkali (Kali), im Bier erfahrungsgemäss als primäres Alkaliphosphat zugegen, zu berechnen, um von dem gefundenen Gesamtalkali eines neutralisirten Bieres die ursprünglich vorhandene, dem primären Kaliumphosphat entsprechende Menge in Abzug zu bringen. Ein grösserer Verbrauch an $\frac{1}{10}$ Säure für die Bierasche, als dem aus der gefundenen Phosphorsäure berechneten entspricht, weist auf zugesetzte Neutralisationsmittel hin. 0,01 der gefundenen Phosphorsäure (P_2O_5) = 0,0191 KH_2PO_4 = 1,4 cc $\frac{1}{10}$ Säure. Man hat nur