

Zeitschrift für angewandte Chemie.

1899. Heft 31.

Die amtliche Aichung der Spindelsaccharimeter. Von Prof. Dr. A. Herzfeld.

Unter dem 2. Juli 1897 hatte die Kaiserliche Normal-Aichungscommission die Vorschriften über die Aichung von Messwerkzeugen zur Bestimmung des Prozentgehaltes von Zuckerlösungen bekannt gegeben, nach welchen künftighin amtliche Prüfungen auch der sogen. Brixspindeln vorgenommen werden sollten.

Nach § 4 dieser Vorschriften sollen die sog. Normalsaccharimeter, welche in $\frac{1}{5}$ oder $\frac{1}{10}$ Prozentgrade eingestellt sind, eine Genauigkeit von mindestens $\pm 0,1$ Proc. zeigen.

Nach § 6 dient zur Ermittlung der Prozentangabe die von der Normal-Aichungscommission herausgegebene amtliche Tafel.

Als Normaltemperatur für die Prüfungen gilt 20° .

Im vergangenen Herbste ging mir seitens der Zuckerkfabrik zu Dormagen ein Satz auf Grund obiger Vorschriften von der Kaiserlichen Normal-Aichungscommission geprüfter und für richtig erklärter Spindeln zu.

Die Nachprüfung der Spindeln im Fabrik-laboratorium zu Dormagen mittels pyknometrischer Bestimmungen unter Umrechnung der Werthe für das specifische Gewicht in sog. Brixgrade für 20° auf Grund der Gerlach'schen Tabellen hatte nämlich in Dormagen für eine Anzahl Punkte der Spindeln grössere Abweichungen als $\pm 0,1$ ergeben und man wünschte eine Nachprüfung im Vereinslaboratorium.

Dieser Aufgabe sich zu unterziehen, war das Laboratorium selbstverständlich gern bereit, indessen war eine Schwierigkeit vorhanden. Es fehlte uns die in der citirten amtlichen Publication der Aichungscommission erwähnte amtliche Tafel, von der uns nur gelegentlich bekannt geworden war, dass sie von den Gerlach'schen abweiche. Wir wandten uns daher zunächst an die Normal-Aichungscommission mit der Bitte um Überlassung dieser Tafel, erhielten dieselbe aber nicht, sondern unter dem 1. September 1898 folgenden Bescheid:

„Auf das gefällige Schreiben vom 23. v. Mts. wird ergebenst erwidert, dass

die gewünschten Tafeln zur Ermittlung der wahren Zuckerprocente aus den scheinbaren zur Zeit noch in Bearbeitung sind. Ihre Drucklegung wird indessen voraussichtlich noch in diesem Jahre erfolgen, worauf wir gern Ihrem Wunsche nachkommen werden.

(Folgt Unterschrift.)

Ich habe das Schreiben hier angeführt, weniger weil tatsächlich unser Wunsch nach Besitz der Tafel bis heute — 5. Juli 1899 — unerfüllt geblieben ist, als weil ich eine doppelte Bitte an dieses Schreiben knüpfen möchte.

Zunächst bitte ich die Normal-Aichungscommission, die Ausdrücke „scheinbare“ und „wirkliche“ Zuckerprocente, so wie sie hier gebraucht sind, in Zukunft nicht und vor allem nicht in amtlichen Publicationen anwenden zu wollen, weil damit Verwirrung erzeugt wird. Die beiden Eigenschaftsworte stehen für den ihuen hier zugewiesenen Sinn nicht mehr zur Verfügung, sie sind von der Zuckerpraxis bereits für einen anderen, unseren Lesern wohlbekannten Sinn belegt. Das was die Normal-Aichungscommission hier „wahren“ Zuckergehalt nennt, ist für uns seit langer Zeit der „scheinbare“ und mit Recht, denn mit den Spindeln ermitteln wir niemals den „wahren“ Zuckergehalt, sondern wir drücken nur das specifische Gewicht der Lösung in Zuckerprocenten aus. Diese Lösung ist aber sehr selten und bei den amtlichen Steueruntersuchungen sogar niemals eine reine Zuckerlösung.

Sodann möchte ich die Normal-Aichungscommission bitten, nicht nur die nackten Tabellen, sondern auch die Methode sowie die Fundamentalversuche zu veröffentlichen, welche zur Aufstellung derselben geführt haben. Es wäre wohl richtiger gewesen, diese Arbeit zur öffentlichen Discussion zu stellen, ehe man amtlich die neuen Tabellen eingeführt hat.

Gerlach's Zahlen erfreuen sich seit mehr als 30 Jahren grossen Vertrauens. Viele haben versucht, seine Arbeit zu controliren, niemals aber Besseres an die Stelle setzen können. Wenn eine so allgemein als richtig anerkannte Arbeit, wie die Gerlach'sche, bei Seite geschoben werden soll, so fragen die Chemiker mit Recht nach

den Gründen, und diese müssen öffentlich dargelegt werden. Manches Missverständniss wäre wohl auch vermieden worden, wenn die gewünschte Publication rechtzeitig erfolgt wäre.

Da wir die amtliche Tabelle nicht erhalten hatten, mussten wir, wohl oder übel, die Spindeln ohne diese mit Hülfe der Gerlach'schen Tabellen nachprüfen. Wir fanden dabei, dass sie in der That unrichtig seien, die Abweichungen bewegten sich in derselben Höhe, wie sie bereits in Dormagen aufgetreten waren.

Besonders auffällig war, dass die niedrigste Spindel für destillirtes Wasser bei 20° nicht 0 Proc. Zucker zeigte, was doch unter allen Umständen hätte der Fall sein müssen, selbst wenn die für 20° umgerechnete Tabelle mit kleinen systematischen Fehlern behaftet war.

Vorsichtshalber überreichte ich die erhaltenen Resultate zunächst nicht der Zuckarfabrik Dormagen, sondern legte sie zuvor der Kaiserlichen Normal-Aichungsccommission vor, mit der Bitte, wenn möglich die Ursache der Differenz aufzuklären zu wollen. Bereitwillig erhielt ich auch eine ausführliche Auskunft, in welcher speciell die Differenz des Nullpunktes durch eine Verunreinigung der Spindel durch eine dünne Fettschicht erklärt wurde, welche durch häufiges Putzen mit alkoholischem Ammoniak zu entfernen sei. Erst dann trete bei Anwendung von Wasser die freie Ausbildung des Wulstes an der Spindel ein, welche für jede aräometrische Messung unbedingt erforderlich sei. Nur im Falle grösstmöglichster Reinheit der Spindeln seien constante Verhältnisse bezüglich der Ablessungen zu erwarten, die Angaben der Normal-Aichungsccommission bezogen sich sämmtlich auf diesen Zustand.

Ich putzte nach Empfang dieses Schreibens die Spindel, so gut ich vermochte, mit alkoholischem Ammoniak, aber das Resultat blieb das alte. Ich wandte mich daher abermals an die Normal-Aichungsccommission¹⁾ und nunmehr sandte dieselbe einen ihrer Sachverständigen zu mir, welcher mit mir gemeinschaftlich die Spindel prüfte.

Derselbe erklärte von Anfang an, dass die Erzielung der absoluten Reinheit der Spindel wohl einige Stunden Zeit erfordern würde. In der That gelang es erst nach mehrfachem gründlichen Säubern derselben,

¹⁾ Wie aus dieser Darstellung zu ersehen ist, dürfte es keineswegs gerechtfertigt sein, wenn mir eine „kleine Übereilung“ in dieser Angelegenheit nachgesagt worden ist. (Vergl. Z. f. angew. Chemie 1899 S. 370, 2. Spalte.)

wozu der Herr nicht nur alkoholisches Ammoniak, sondern vorzugsweise gewöhnliche Seife benutzte, die Spindelanzeige in destillirtem Wasser von 20° auf 0,11 statt vorher 0,25 zu bringen. Die Fehlgrenze war danach zwar noch nicht ganz erreicht, ich verzichtete aber auf Fortsetzung der Prüfung, weil ich die Überzeugung gewonnen hatte, dass bei fortgesetztem Putzen eine der wiederholten Spindelungen wohl auch zu einem niedrigeren Werthe als 0,11 führen würde. Eine Constantz des Zustandes absoluter Reinheit wurde bei diesen Versuchen nicht erzielt, im Gegentheil ereignete es sich, dass nach einer neuen Putzung die Spindel auch gelegentlich wieder einmal mehr zeigte, also unreiner geworden war.

Ich stimme völlig mit Herrn Dr. Claassen und Herrn Dr. Bruhns darin überein, dass derartige Prüfungen im Zustande absoluter Reinheit aus den von diesen beiden Chemikern hinlänglich dargelegten Gründen praktisch werthlos sind.

Ich meine, wie die Genannten, dass man sehr wohl nach wie vor für praktische Zwecke die Spindeln in demjenigen Zustand annähernder Reinheit prüfen müsste, welcher in der Praxis durch das übliche, nur einige Minuten in Anspruch nehmende sorgfältige Abreiben mit einem trockenen, weichen Tuch, vielleicht auch unter Zuhilfenahme von alkoholischem Ammoniak zu erzielen ist.

Die folgende Versuchsreihe, welche sich aus Zahlen von 12 verschiedenen Beobachtern zusammensetzt, zeigt, dass man auf diese Weise Zahlen erhält, welche für die Zwecke der Praxis genügend constant sind.

Die Beobachtungen wurden am 9. Juni ds. Js. unter Benutzung der aus Dormagen gesandten geaichten Spindel vorgenommen.

Für jede einzelne Einstellung reinigte der betreffende Experimentator die Spindel mit alkoholischem Ammoniak, trocknete sie darauf mit einem sauberen Tuche und senkte sie in destillirtes Wasser, dessen Temperatur jedesmal am Spindelthermometer abgelesen wurde.

Beobachter	Spindel- ablesung	Temperatur in $^{\circ}\text{C}.$
Herzfeld	0,27	19,6
Schrefeld	0,27	19,6
Utsch	0,27	19,6
Opitz	0,25	19,75
Mehrle	0,28	19,75
Dr. Goldschmidt	0,27	19,75
von Wrochem	0,26	19,70
Heinhold	0,26	19,75
Dankwardt	0,26	19,90
Bouchon	0,26	19,90
Bratring	0,28	19,90
Sachsse	0,29	19,95

Die Übereinstimmung der Werthe ist eine derartig befriedigende, dass wir wohl unbe-

denklich die Spindel für praktische Zwecke wie bisher weiter putzen und gebrauchen dürfen.

Daraus möchte ich jedoch noch nicht folgern, dass auch die Normal-Aichungscommission so prüfen sollte, wie hier geschehen. Dieselbe wird meiner Ansicht nach am besten thun, die Spindeln bei 0° überhaupt nicht zu prüfen. Sie kann dies um so eher unterlassen, als zu Steuerzwecken so niedrige Spindeln nicht gebraucht werden, da es sich dabei nur um Syrup- und Melasseuntersuchungen handelt. Zu meiner Freude habe ich aus einer gelegentlichen Unterredung mit Herrn Regierungsrath Weinstein entnommen, dass die Normal - Aichungscommission in der That geneigt ist, die Nullpunktsprüfungen fallen zu lassen. Für concentrirtere Zuckerlösungen aber kommt die Herstellung des Zustandes der absoluten Reinheit weniger in Betracht, da deren Wulstbildung durch geringfügige Verunreinigungen lange nicht in dem Maasse beeinflusst wird, wie der Wulst an der Spindel in reinem Wasser.

Die für concentrirte Zuckerlösung noch vorhandenen Differeuzen zwischen den verschiedenen Beobachtungen müssen vorzugsweise auf die Abweichungen der amtlichen, noch unveröffentlichten Tabelle von den Gerlach'schen Werthen, auf welchen die Brix-tabelle beruht, zurückgeführt werden. Hoffentlich kommt auch in dieser Beziehung die Normal - Aichungscommission den von mir geäusserten Wünschen bald entgegen. Dankenswerth wäre es endlich noch, wenn die Behörde demnächst noch die Arbeits-instruction veröffentlichen wollte, nach welcher in dem ihr unterstellten Institute die Spindelprüfung vorgenommen wird.

Erfahrungen mit dem Linde'schen Gegenstromapparat und Versuche mit flüssiger Luft.

Von
Dr. Otto Müller.

Eine grössere Anzahl von Versuchen, welche wir mit dem Linde'schen Gegenstromapparat zur Verflüssigung der Luft unternommen haben, ergaben eine Reihe von Erfahrungen, die vielleicht für manchen, welcher einen solchen Apparat besitzt, nicht ohne Interesse sind, und deren Kenntniss auch für die Firma von Werth sein dürfte. Wir verdanken den Besitz der No. I (Leistung 0,75 l die Stunde) des Apparats der Güte eines hiesigen Grossindustriellen, des Herrn K. H. Haubold (Firma K. H. Haubold jr.),

dem wir auch an dieser Stelle Dank sagen.

Zunächst sei eine ausführliche Beschreibung des Gegenstromapparats gegeben. Ein Torpedobootcompressor *K* (Fig. 197¹) von Whitehead saugt Luft an und presst sie zunächst im Niederdruckzylinder *N* auf etwa 15 Atm. zusammen, drückt sie dann in den Hochdruckzylinder *H*, wo sie auf 200 Atm. comprimirt wird, und treibt sie unter diesem Druck in den eigentlichen Gegenstromapparat *G*. Da die Kolben des Compressors mit Vulcanfibermanschetten versehen sind, so wird, um eine zu starke Erhitzung derselben zu vermeiden und um etwaige schädliche Räume auszufüllen, am Niederdruckzylinder durch den Hahn *h* Wasser angesaugt; beide Cylinder

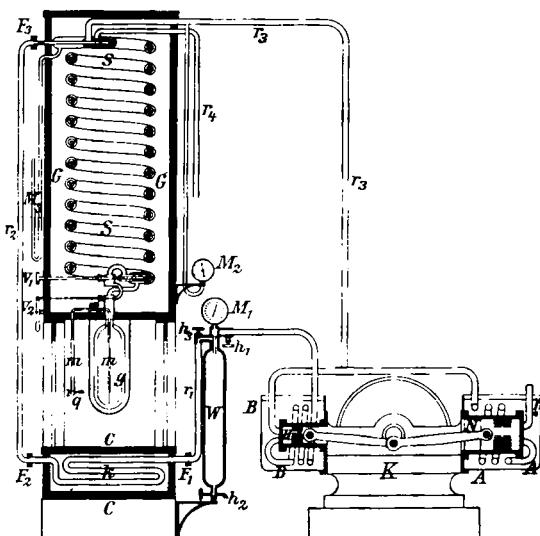


Fig. 197.

werden ausserdem mit Wasser, welches in den Kästen *A* und *B* circulirt, gekühlt. Das angesaugte Wasser muss entfernt werden, da sonst bei den niedrigen Temperaturen der gauze Apparat sehr bald völlig zufrieren würde. Zu diesem Zwecke gelangt die comprimirte Luft zuerst in den Wasseraabscheider *W*, in welchem der grösste Theil des mitgerissenen Wassers sich ansammelt und durch den Hahn *h*, abgelassen wird. Von hier geht die Luft durch das Rohr *r*₁ und die Schlanke *k*, welche in einem Kältemisch liegt, und in der die letzten Reste Wasser ausfrieren. Nun geht die Luft durch das mit Kork umkleidete Rohr *r*₂ nach der dreifachen Spirale aus Kupferrohr *S* und gelangt zunächst in das innerste der drei ineinandergeschobenen Rohre. Hier expandirt sie durch das erste Regulirventil *V*₁ in den Zwischenraum zwischen dem innersten

¹⁾ Natürlich ist die Zeichnung der Ventile und Manometer eine rein schematische.