

welche die Verunreinigungen enthalten und sich zu Boden setzen, so daß man die Lauge klar abheben oder filtrieren kann. Bei der Darstellung bleiben die Verunreinigungen wesentlich in den Mutterlaugen. Es ist daher vorteilhaft, nicht zu weit zu konzentrieren, damit der Krystallbrei nicht fest wird, sondern genügend Lauge entfernt werden kann. Aus Normalnatronlauge einmal umkrystallisiert, sind die Krystalle meist schon genügend rein.

Die Gegenwart von Carbonat in den Mutterlaugen stört nicht, wie ja schon aus der Angabe A m m o n s über die Gewinnung neben Soda hervorgeht. Aus gemischten Carbonat- und Silicatlauge krystallisiert beim Abdampfen in der Wärme Carbonat aus, in der Kälte dann das Silicat. Läßt man in der Kälte abdunsten, so kann man bald das eine, bald das andere Salz erhalten, wie es ja auch theoretisch vorhergeschen werden kann.

Kieselsäure beliebiger Art, selbst Quarzpulver löst sich bei mäßiger Wärme, z. B. auf der Dampfheizung, nicht nur in Natronlauge, sondern auch in Sodalösung auf, wenn man nur genügend wartet. Dann dunstet die Kohlensäure ab, und an ihre Stelle tritt die Kieselsäure. Wenn man weite Gefäße nimmt oder durch einen kohlensäurefreien Luft- oder Dampfstrom für schnelle Abführung der Kohlensäure sorgt, so verläuft der Prozeß relativ schnell. Gibt man feste Kieselsäure in ein Kölbchen mit Sodalösung, das mit einem zweiten verbunden ist, in dem sich Barytwasser befindet, natürlich unter Abschluß gegen die Kohlensäure der Luft, und läßt bei Zimmertemperatur stehen, so löst sich die Kieselsäure in der Sodalösung auf, während in der Vorlage Bariumcarbonat entsteht⁵⁾.

Die Laugen, die man bei der Darstellung des Natriumsilicates zurückbehält, können daher immer wieder in den Betrieb zurückkehren, und man erleidet keinen Alkaliverlust.

Das Prinzip des hier beschriebenen Verfahrens hat nach einer Richtung bedeutendes technisches Interesse! Es beruht ja darauf, daß im Wasserglas der Überschuß an Kieselsäure als S o l b i l d n e r wirkt und so gestattet, kieselsäureriche Lösungen herzustellen, aus denen bei genügender Zufuhr des anderen Bestandteiles, des Natrons, das krystallisierte Silicat direkt entsteht, ohne daß man vorher umständlich einzudampfen braucht. Dieses Prinzip wird sich vielleicht noch in anderen Fällen anwenden lassen, wenn auch nicht immer in so bequemer Weise ein Bestandteil des Produktes selber als S o l b i l d n e r wirkt. Wenn es aber gelingt, einen indifferenten Stoff zu diesem Zwecke aufzufinden, so müßte es möglich sein, von irgend einem Produkt eine Lösung in irgend einem Komponentenverhältnis herzustellen und dann durch geeignete Zufuhr weiterer Mengen des anderen Komponenten, genau so wie beim Natriumsilicat, das gewünschte Erzeugnis auszufällen. Insofern hat das Verfahren allgemeinen Wert.

Das Gebiet der Natriumsilicate wird unter meiner Leitung von Herrn K o l l e r bearbeitet, dessen Dissertation die Resultate im Einzelnen seinerzeit bringen wird. Mit Rücksicht auf diese Untersuchung hatte ich bisher genauere Mitteilungen vermieden und mich auch im vorigen Jahr begnügt,

nur die allgemeine Grundlage der Darstellung von krystallisierten Natriumsilicaten anzugeben.

Erlangen, 22. Juni 1907.

Zur Richtigstellung.

Von E. PROST und V. HASSREIDTER.

(Eingeg. d. 6./7. 1907.)

Bei der Besprechung der verschiedenen in der Praxis üblichen Modifikationen der Schaffnerischen Zinkbestimmungsmethode, über welchen Gegenstand wir seinerzeit in dieser Zeitschrift (1892, 166) berichtet hatten, hält uns Herr H. Nissen son auf S. 40 seiner kürzlich erschienenen Monographie „Die Untersuchungsmethoden des Zinks usw.“ (Stuttgart 1907) die Versuche von H a m p e und F r a a t z gegenüber, indem er schreibt:

„Die Art der Ausführung (nämlich der von A a r l a n d 1879 empfohlenen Modifikation) unterscheidet sich von der, welche P r o s t und H a s s r e i d t e r unter A angaben, und die sie als für die Praxis als hinreichend genau bezeichnen, dadurch, daß 1. die doppelte Eisenfällung hier vorgeschrieben ist, denn diese ist unter allen Umständen unerlässlich. Ich verweise nur auf die Angaben von H a m p e und F r a a t z.“

Die in der einschlägigen Literatur nicht genügend eingeführten Leser könnten aus der von Herrn Nissen son gewählten Darstellungsweise versucht sein zu glauben, daß uns bei Abfassung unseres Aufsatzes von 1892 die Versuche von H a m p e und F r a a t z unbekannt geblieben, oder daß wir über die Tatsache hinweggegangen seien, daß bei einmaligem Fällen des Eisens durch Ammoniak und Auswaschen des Niederschlages mittels Wasser (wie dies H a m p e und F r a a t z bewerkstelligten) Zink im Niederschlag zurückgehalten werde.

Beides ist unzutreffend. Wir schrieben (1892, S. 167 oben) über die H a m p e und F r a a t z - schen Versuche folgendes :

„Diese Art und Weise der Bestimmung des Zinkverlustes hat aber gar keine praktische Tragweite, da es keinem Chemiker je einfallen wird, eine Zinkbestimmung in dem durch e i n m a l i g e Fällung und Auswaschen des Eisenhydroxyds erzielten Filtrate zu machen.“

Herr Nissen son weiß recht wohl, daß bei der sogen. „belgischen“ Methode von einem Auswaschen des Niederschlages nie Gebrauch gemacht wird.

Wenn nun Herr Nissen son die „belgische“ Zinkbestimmungsmethode mit den Versuchen von H a m p e und F r a a t z in irgend eine Parallele stellen will, so ist dies ein verkehrtes Beginnen.

Zweitens ist es uns nie eingefallen zu bestreiten, daß bei einmaliger Eisenfällung gewisse Anteile Zink zurückgehalten werden; die unserem Aufsatz beigefügten Tabellen (die sich übrigens auch in Nissen sons: „Die Untersuchungsmethoden des Zinks“ — wenn auch unvollständig — wiederfinden) beweisen dies zur Genüge. Im übrigen haben wir in unserem Aufsatz von 1892 und auch in anderen

⁵⁾ Diese Z. 20, 352 (1907).

Publikationen (s. L u n g e s Taschenbuch 1900, 144) stets mit Nachdruck hervorgehoben, daß zur Erzielung genauer Resultate eine Kompensation durch Zusatz von Eisen zum Titer stattfinden müsse.

Es ist hier nicht der Ort, auf die Vor- oder Nachteile der einen oder andern Modifikation der S c h a f f n e r schen Methode einzugehen; wir wollen nur den nicht genau in den Sachverhalt eingeweihten Leser vor der von Herrn N i s s e n s o n gewählten Darstellungsweise und vor den daraus zu ziehenden Schlüssen gewarnt haben.

L ü t t i c h , 4. Juli 1907.

Methode zur Bestimmung der Rohmaltose im Bier.

Von C A R L B E R G S T E N .

(Eingeg. den 10.6. 1907.)

Es wird vorausgesetzt, daß man den wirklichen Extraktgehalt des zu untersuchenden Bieres kennt.

Man gibt das Bier in einen geräumigen Kolben, schüttelt es kräftig durch, um die Kohlensäure möglichst vollständig auszutreiben und filtriert es alsdann. Schließlich wird es in eine 50 ccm-Bürette gegeben. Dann erhitzt man in einem Becherglas 50 ccm F e h l i n g sche Lösung zum Kochen. 50 ccm dieser Lösung entsprechen 0,389 g „Maltose“. Aus der Bürette gibt man zu der kochenden F e h l i n g schen Lösung die dem wirklichen Extraktgehalt entsprechenden Kubikzentimeter Bier hinzu (siehe Tabelle), kocht vier Minuten, filtriert durch ein kleines Filter, wobei man die ersten Anteile des Filtrates nicht auffängt, verdünnt aufs Doppelte mit destilliertem Wasser, säuert mit Essigsäure an und prüft mit einem Tröpfchen Ferrocyanaliumlösung auf Kupfer. Man kann nun beobachten:

1. Keine Rotfärbung (was seltener vorkommt). Man erneuert den Versuch und setzt 1—2 ccm Bier weniger zu.

2. Schwache Rotfärbung. Man erneuert den Versuch und setzt je nach der Stärke der Reaktion 1 oder 0,5 ccm Bier mehr zu.

3. Starke Rotfärbung resp. Niederchlag. Man erneuert den Versuch und setzt 2 ccm (eventuell mehr) zu.

Im Falle einer sehr schwachen Rotfärbung kann man sich damit begnügen und den Versuch als be-

endet betrachten. Im allgemeinen genügen zwei Versuche, um ein befriedigendes Resultat zu erzielen.

Untenstehende Tabelle gibt die erforderlichen Kubikzentimeter Bier, die zugesetzt werden, an. Sie ist hauptsächlich für dunkle Biere berechnet. Für helle Biere, besonders nach Pilsener Art, setzt man zweckmäßig 2 ccm Bier mehr, als dort angegeben, zu.

Zur Prüfung auf Kupfer kann man auch folgendermaßen verfahren: Man gießt von der über dem ausgefällten Kupferoxydul stehenden Flüssigkeit auf den Doppelfilter, fängt die zuerst ablaufenden Kubikzentimeter nicht auf und filtriert je 10 ccm in zwei Reagensgläser. Das eine verdünnt man etwas mit Wasser, säuert mit Essigsäure an und versetzt mit einem Tröpfchen gelber Blutlaugensalzlösung; zu dem anderen gibt man 1—2 Tropfen des zu untersuchenden Bieres, kocht 1 Minute, läßt 3—4 Minuten stehen, gießt die Lösung aus dem Reagensglas aus, wischt den Boden desselben mit einem Stück weißen Fliespapiers, das man um einen Glasstab gewickelt hat, und beobachtet, ob das Papier durch anhaftendes Kupferoxydul rot wurde.

Die Berechnung ist einfach und leicht aus einem Beispiel ersichtlich:

Ein dunkles Lagerbier hatte einen wirklichen Extraktgehalt von 6,0% Ball., oder das entsprechende spezifische Gewicht des entgeisteten Bieres war 1,0240. Nach der Tabelle wurden 26,0 ccm unverdünntes, entkohlensäueretes Bier zugesetzt, was zu wenig war. 26,5 erwiesen sich als richtig. 50 ccm F e h l i n g sche Lösung entsprechen 0,389% Maltose; also

$$\frac{0,389 \times 100}{26,5 \times 1,0240} = 1,434\% \text{ Rohmaltose im Bier}$$

$$\text{und } \frac{1,434 \times 100}{6,0} = 23,89\% \text{ Rohmaltose im Extrakt.}$$

Beträgt der wirkliche Extraktgehalt mehr als 6,5%, ist ein Verdünnen des Bieres mit dest. Wasser auf das Doppelte notwendig. Hatte ein Exportbier z. B. 7% wirkl. Extrakt, so wird das entkohlensäuerete Bier mit dest. Wasser auf das Doppelte verdünnt, es enthält dann 3,5% Extrakt. Man setzt also laut der Tabelle 44 ccm des verd. Bieres zu der kochenden F e h l i n g schen Lösung und verfährt wie oben. Hatte man 45 ccm verd. Bier gebraucht, so entspricht dies 22,5 ccm unverdünntem Bier.

Die Methode ist der Maltosebestimmung in Laboratoriums- und Betriebswürzen von C. B e r g s t e n analog. (Siehe: Das chemische Laboratorium des Brauers von Prof. Dr. W. W i n d i s c h , 5. und 6. Auflage.)

T a b e l l e z u d e r B e s t i m m u n g v o n R o h m a l t o s e i m B i e r .

Schema für dunkle Biere.

Wirkl. Extraktgehalt des Bieres	3,0	3,1	3,2	3,3	3,4	3,5	3,6	3,7	3,8	3,9
Anzahl Kubikzentimeter Bier .	50	49	48	46,5	45	44	43	42	41	40
Wirkl. Extraktgehalt des Bieres	4,0	4,1	4,2	4,3	4,4	4,5	4,6	4,7	4,8	4,9
Anzahl Kubikzentimeter Bier .	39	38	37	36	35	34,5	33,5	33	32	31,5
Wirkl. Extraktgehalt des Bieres	5,0	5,1	5,2	5,3	5,4	5,5	5,6	5,7	5,8	5,9
Anzahl Kubikzentimeter Bier .	31	30,5	30	29,5	29	28,5	28	27,5	27	26,5
Wirkl. Extraktgehalt des Bieres	6,0	6,1	6,2	6,3	6,4	6,5	—	—	—	—
Anzahl Kubikzentimeter Bier .	26	25,5	25	24,5	24	23,5	—	—	—	—

Für helle Biere 2 ccm mehr als angegeben zusetzen.