

gefüllt. Natürlich war nach Beendigung des Versuches dieses Gemisch zu einer porösen Masse zusammengeschmolzen. An anderer Stelle werde ich über die Herstellung höchst feuerfester Massen berichten. Nach beendigtem Versuch läßt man den Ofen abkühlen und nimmt dann am besten in einem im Freien stehenden Kasten den Ofen auseinander, wobei natürlich sich massenhafter Staub entwickelt. Das Gemisch von Schamotte und Holzkohlenpulver bringt man sofort in Glaszyylinder mit eingeschliffenen Stöpseln und hebt es für spätere Versuche auf. Man kann hierin gar nicht vorsichtig genug sein, da natürlich alle Feuchtigkeit, die in der Schamotte oder Holzkohle ist, bei der hohen Temperatur des Ofens unbedingt die Zerstörung der Widerstandsstäbe hervorruft. [A. 5.]

Die Betriebskontrolle der Spiritusfabrikation mit dem Saccharometer und Eintauchrefraktometer.

Von

Dr. A. FRANK-KAMENETZKY, Wilna (Rußland).

(Eingeg. 20.12. 1909.)

Die Einführung des Saccharometers durch Balling in die Praxis der Brennerei, welches die Bestimmung des spez. Gew. einer Maische mit derselben Leichtigkeit ermöglicht, wie die Messung der Temperatur mit einem Thermometer, war für den Brennereibetrieb epochmachend. Ist doch die Kenntnis des spez. Gew. — des „Balling“ — einer Maische, Hefe usw., trotz des nur relativen Wertes der bei dieser Bestimmung erhaltenen Zahlen, von der größten Wichtigkeit für die Beurteilung des richtigen Verlaufes der Prozesse eines Brennereibetriebes, und kann man sich heute einen auch nur einigermaßen rationell geleiteten Betrieb ohne die ausgedehnteste Anwendung des Saccharometers nur schlecht denken. Der weitere Schritt Ballings, den er mit der sog. Attenuationslehre bezweckt hat, so sinnreich und verlockend sie auch ist, hat mit der Zeit an Wichtigkeit wesentlich eingebüßt und ist heute nicht mehr populär. Bekanntlich besteht die Attenuationslehre im wesentlichen in der Möglichkeit, allein aus dem spez. Gew. einer Maische, ausgedrückt in Saccharometergraden, den Verlauf der Gärung auf Grund der von Balling aufgestellten Regeln zu beurteilen, den aus der ursprünglichen süßen Maische von bestimmter Konzentration zu erwartenden Alkoholgehalt vorausbestimmen und die ursprüngliche Konzentration einer vergorenen Maische berechnen zu können. Nun verlaufen aber die Prozesse während der Gärung niemals in der Weise, wie sie theoretisch verlaufen sollen. Es entsteht vielmehr eine Reihe von Nebenprodukten, welche die Genauigkeit der durch ähnliche Berechnungen erhaltenen Resultate wesentlich beeinflussen. Des weiteren ist der Begriff „ursprüngliche süße Maische“ nichts weniger als genau, denn geht man von der mit Hefe versetzten Maische aus, so liegt ja schon eine zum Teil vergorene Maische mit 0,5—0,6 Vol.-% Alkohol vor, nimmt man dagegen die Saccharometeranzeige der süßen Maische vor dem Hefen-

zusatz als Ausgangspunkt, so hätte man noch das Hefengut zu berücksichtigen. Ohne hier auf Einzelheiten einzugehen, möchten wir ganz allgemein bemerken, daß die Resultate, die man zu Zeiten Ballings in der Brennerei erzielt hat, weit entfernt waren von denjenigen, die man in einer modernen Brennerei erhält. Für die heutigen Verhältnisse sind die von Balling in seiner Attenuationslehre gegebenen Formeln zur Vorausbestimmung des zu erwartenden Ertrages an Alkohol usw. zu ungenau, um bei der Betriebskontrolle mit Erfolg angewendet zu werden.

Bei der Kontrolle eines Brennereibetriebes kann man in zweierlei Weise zur Lösung der gestellten Aufgabe schreiten. Einmal geht man davon aus, zu bestimmen, wieviel Alkohol kann unter gegebenen Verhältnissen aus vorliegenden Rohmaterialien gewonnen werden. Im anderen Falle wird man bestrebt sein, die einzelnen bei der Fabrikation vorkommenden Prozesse genau zu untersuchen und aus dieser Untersuchung die nötigen Schlüsse zu ziehen, denn, sind die einzelnen Prozesse richtig durchgeführt, so müssen dementsprechend auch die Resultate ausfallen. Bei dem heutigen Stande der Untersuchungsmethoden führt unseres Erachtens der letztere Weg viel eher zum richtigen Ziele.

Bei diesen Untersuchungen kommt es in erster Linie auf die jeweilige Saccharometeranzeige und den Alkoholgehalt der Maischen an. So einfach und schnell durchführbar die Ermittlung der Saccharometeranzeige ist, so umständlich und zeitraubend gestaltet sich aber die Bestimmung des Alkoholgehaltes durch Destillation, und es unterliegt keinem Zweifel, daß nur das Fehlen einer einfachen Methode der Alkoholbestimmung in Maischen dazu geführt hat, daß diese Bestimmung bei der Betriebskontrolle nur selten herangezogen wird. Es hat auch nicht an Vorschlägen gefehlt, die Destillationsmethode durch andere rasch und leicht durchführbare Methoden zu ersetzen, und wenn diese Methoden bis jetzt nicht imstande waren, die Destillationsmethode zu verdrängen, so ist die Ursache nicht etwa in den zum Teil kostspieligen Apparaten, welche zu ihrer Durchführung notwendig sind, zu suchen — es sei hier an das Ebullioskop, Vaporimeter, Dilatometer, Stalagmometer erinnert — sondern einzig und allein in dem Umstände, daß alle diese Methoden sich für die Ermittlung des Alkohols in Maischen nicht gut eignen.

Seit einigen Jahren besitzen wir im Zeissischen Eintauchrefraktometer ein Instrument, welches die Messung des Lichtbrechungsvermögens einer Flüssigkeit in ebenso einfacher Weise ermöglicht, wie etwa die Ermittlung der Temperatur mit dem Thermometer und des spez. Gew. mit dem Aräometer. Bestimmt man nun in einer Maische neben dem spez. Gew. auch das Lichtbrechungsvermögen, so läßt sich, wie ich das schon an anderer Stelle ausführlich dargetan habe¹⁾, der Alkohol- und gleichzeitig der Extraktgehalt derselben mit großer Genauigkeit ermitteln. Die ganze Untersuchung beansprucht zu ihrer Ausführung nur wenige Minuten.

Seit einigen Jahren hatte ich Gelegenheit, die

¹⁾ Chem.-Ztg. 1907, 257 u. 791. Ref. d. Z. 21, 415.

gleichzeitige Alkohol- und Extraktbestimmung aus der Saccharometeranzeige und Refraktion mit dem Z e i ß schen Eintauchrefraktometer in Hunderten von Maischen auszuführen und mich von der Brauchbarkeit und vorteilhaften Verwendbarkeit dieser Methode bei der Betriebskontrolle einer Reihe von Brennereien überzeugen zu können.

Die Grundlage dieser aräometrisch-refraktometrischen Methode der Maischuntersuchung habe ich bereits in den oben angeführten Untersuchungen gegeben, die Vorzüge dieser Methode eingehend auseinandergesetzt, und zwar für Kartoffelmaischen, hergestellt nach dem Hochdruckverfahren. Von der Veröffentlichung von Tabellen zur Auffindung der jeweiligen Alkohol- und Extraktmengen habe ich damals Abstand genommen, dies aus Bequemlichkeitgründen, da ich den Gebrauch des Rechenschiebers, welcher die Tabellen vollständig ersetzt, für die breite Praxis für zweckmäßiger und handlicher halte. Um die Methode auf alle andere in Betracht kommende Maischen zu übertragen, mußte das Lichtbrechungsvermögen der Extrakte von Maischen, hergestellt aus den verschiedensten Materialien, einem genauen Studium unterzogen werden, denn im System Wasser, Alkohol, Extrakt, aus welchen Bestandteilen jede Maische zusammengesetzt ist, ist nur das Lichtbrechungsvermögen des Extraktes veränderlich, beim Alkohol und Wasser bleibt diese Eigenschaft konstant genug, um eine analytische Methode aufzubauen zu lassen. Außer den Kartoffeln kommen noch die verschiedensten Getreidearten, wie Mais, Roggen, Gerste usw. in

Betracht, wobei auch die Arbeitsweise, insbesondere ob mit oder ohne Hochdruck gearbeitet wird, berücksichtigt werden mußte. Die eingehende Untersuchung aller dieser Verhältnisse hat zum erfreulichen Resultate geführt, daß nicht jede Getreideart eine eigene Tabelle verlangt. Es ließen sich vielmehr unter Berücksichtigung der in Brennereien, sowie Preßhefefabriken vorkommenden Mischungsverhältnisse und Arbeitsweisen die erhaltenen Extrakte in drei Gruppen einteilen, wie dies in der folgenden Tabelle I zum Ausdruck gebracht worden ist. Wie aus der Tabelle ersichtlich, ist das Lichtbrechungsvermögen der Extrakte von Maischen, hergestellt aus verschiedenen Materialien, sehr verschieden. Während z. B. dem Refraktometergrade 35,0 einer etwa zur Hälfte aus Kartoffeln und Mais hergestellten Maische oder einer Roggen-, Mais- und Gerstenmalzmaische einer Preßhefefabrik ein Extraktgehalt von 5,28° Bal. entspricht, fällt auf denselben Refraktometergrad einer nach dem Hochdruckverfahren hergestellten Kartoffelmaische der Extraktgehalt von 5,68° Bal. und einer nach demselben Verfahren hergestellten Maismaische — 4,83° Bal. Auf den Wert dieser Extrakttabellen zur Beurteilung der Zusammensetzung der verschiedenen Maischextrakte werde ich weiter unten eingehender zurückkommen.

Die Zuverlässigkeit der Extrakttabellen ergibt sich zur Genüge aus den von mir an eben erwähnter Stelle mitgeteilten Untersuchungsergebnissen von etwa 100 Kartoffelmaischen, sowie aus der Zusammenstellung auf Seite 300.

Tabelle I
zur Bestimmung des Prozentgehaltes (° Balling) wässriger Lösungen von Maischextrakten
mit dem Z e i ß schen Eintauchrefraktometer bei 14° R (17,5° C.).

Refraktion	Kartoffelmaischen	Maismaischen	Gemischte Kartoffel-Maismaischen usw.	Refraktion	Kartoffelmaischen	Maismaischen	Gemischte Kartoffel-Maismaischen usw.	Refraktion	Kartoffelmaischen	Maismaischen	Gemischte Kartoffel-Maismaischen usw.		
	° Balling				° Balling				° Balling				
	a	b	c		a	b	c		a	b	c		
25	2,80	2,40	2,60	34	5,38	4,61	4,99	43	8,02	6,58	7,28		
26	3,08	2,65	2,85	35	5,68	4,83	5,28	44	8,33	6,80	7,55		
27	3,37	2,90	3,14	36	5,98	5,05	5,53	45	8,63	7,02	7,82		
28	3,66	3,15	3,45	37	6,27	5,27	5,77	46	8,93	7,24	8,08		
29	3,95	3,40	3,67	38	6,55	5,49	6,02	47	9,23	7,46	8,33		
30	4,23	3,65	3,91	39	6,84	5,71	6,28	48	9,53	7,68	8,58		
31	4,52	3,90	4,19	40	7,13	5,92	6,52	49	9,83	7,90	8,86		
32	4,81	4,15	4,48	41	7,42	6,13	6,77	50	10,13	8,12	9,12		
33	5,10	4,38	4,74	42	7,72	6,36	7,02						

Unter Zugrundelegung dieser drei Extrakttabellen und der Alkoholtabelle von W a g n e r 2) wurden nun folgende Tabellen zur gleichzeitigen Alkohol- sowie Extrakt (wirkliche Vergärung)-bestimmung in Maischen, hergestellt aus Kartoffeln, Mais oder aus einem Gemische von diesen beiden Rohprodukten, wie dies in den landwirtschaftlichen Brennereien des öfteren der Fall ist, und zwar nach dem Hochdruckverfahren, sowie in Maischen aus

Roggen, Gerste, Darrmalz und Mais, wie sie in der Preßhefefabrikation vorkommen, allein aus den zwei physikalischen Eigenschaften, dem spez. Gew. (Saccharometeranzeige) und Lichtbrechungsvermögen (Refraktion), ermittelt mit dem Z e i ß schen Eintauchrefraktometer. Die Methode besteht darin, daß man im vollständig klaren Filtrat der Maische die Saccharometeranzeige und Refraktion, beide bei 14° R., ermittelt. Die gesuchten Werte für die jeweiligen Alkohol- und Extraktmengen sind aus den nebenstehenden Tabellen zu entnehmen. Für die in Tausenden von landwirtschaftlichen Brenne-

2) „Tabellen zum Eintauchrefraktometer“, Sondershausen 1907, S. 42.

reien vorkommenden Kartoffelmaischen lassen sich die Resultate außerdem auf einem von mir konstruierten, sehr handlichen Rechenschieber ohne weiteres ablesen.

Was die Ausführung der Bestimmung selbst betrifft, so habe ich mich, wie bemerkt, darüber wiederholt geäußert und kann mich hier somit kurz fassen. Über die Ermittlung der Saccharometeranzeige mit der Balling'schen Spindel möchte ich hier kein Wort verlieren, sie ist außerordentlich einfach, und, die Benutzung einer richtig anzeigenenden Spindel vorausgesetzt, sehr genau. Nicht weniger einfach ist die Bestimmung des Lichtbrechungsvermögens (Refraktion) einer Maische mit dem Zieß'schen Eintauchrefraktometer, und von jedem auch Nichtchemiker, oder sonst geschulten Analytiker mit Leichtigkeit ausführbar. Die Handhabung des Refraktometers, welche noch we-

Aus der Interpolationstafel entnimmt man ferner für 0,6 Refraktometergrade für 0,55 Bal.⁴⁾

niger Routine verlangt, wie z. B. das Mikroskop, ist schon in der einschlägigen Literatur wiederholt beschrieben; es sei hier vor allem auf die dem Instrumente beigelegte, eine genaue Beschreibung enthaltende Broschüre verwiesen. Die sinnreiche und elegante Löwesche Temperiervorrichtung³⁾ eignet sich ganz besonders auch für Untersuchungen an Ort und Stelle.

Die Benutzung der Tabellen möge hier an einem Beispiele erläutert werden. Die Untersuchung einer Kartoffelmaische habe ergeben:

Saccharometeranzeige bei 14° R. 1,55° Bal.
Refraktion bei 14° R. 46,60° "

Aus der Tabelle entnimmt man zunächst den Alkohol-, sowie Extraktwert, welcher der Refraktion 46 und der Saccharometeranzeige 1,0 entspricht, also:

Alkohol	10,74 Vol. %,	Extrakt + 4,56° Bal.
"	+ 0,20 " %,	" + 0,07 "
"	- 0,77 " %,	" + 0,33 "
	10,17 " %,	4,96 "

Die Maische enthält somit 10,17 Vol.-% Alkohol, ihr Extraktgehalt (wirkliche Vergärung) entspricht 4,96° Bal. Die Interpolationstafel behält ihre Gültigkeit für alle drei Tabellen. Die etwaigen Differenzen sind so unbedeutend, daß sie unberücksichtigt bleiben können, ohne die Genauigkeit der Resultate auch im geringsten zu beeinflussen.

Reihe a (bei I wie bei II) ist für Kartoffelmaischen (Hochdruckverfahren) berechnet. Die in derselben aufzufindenden Werte entsprechen vollständig den Angaben des Rechenschiebers. Tabelle b ist für Maismaischen (Hochdruckverfahren) bestimmt. Was Tabelle c betrifft, so ist sie als Mittel von a und b vor allem für gemischte Maischen auf Kartoffeln und Mais (Hochdruckverfahren) anzuwenden. Weitere Untersuchungen haben ergeben, daß sie auch für Maischen aus Roggen, Darrmalz oder Grünmalz, Mais, Buchweizen, Gerste, wie sie in den Preßhefefabriken vorkommen, ohne Bedenken Anwendung finden kann, und zwar sei es, daß der geschrötere Mais mehrere Stunden gekocht oder aber im ganzen Korn bei niederm Drucke gedämpft wird.

In der Zusammenstellung von Untersuchungsergebnissen wurde von Anführung weiterer Belege für die Zuverlässigkeit der aräometrisch-refraktometrischen Methode für Kartoffelmaischen Abstand genommen, nachdem ich dies schon an etwa 100 aus 42 verschiedenen Brennereien stammenden Maischen bewiesen habe. In der Zusammenstellung ist eine Anzahl von Maismaischen, aus 17 verschiedenen Brennereien stammend, ferner einige gemischte Maischen aus Kartoffeln und Mais, sowie Maischen von Preßhefefabriken angeführt. Zur Herstellung der Maismaischen wurden die verschiedensten und wichtigsten Repräsentanten der euro-

päischen und außereuropäischen Maise verwendet. Auch der Qualität und dem Stärkewerte nach waren die Maise sehr verschieden⁵⁾.

Die Übereinstimmung der Alkohol- und Extraktwerte, erhalten durch Destillation und durch Spindelung der auf das ursprüngliche Volumen gebrachten Destillationsrückstände mit denjenigen auf aräometrisch-refraktometrischem Wege erhaltenen, ist bei sämtlichen Maischen eine durchaus befriedigende.

In einer größeren Anzahl von Maischen wurden auch die einzelnen Bestandteile derselben, der Alkohol und Extrakt, der refraktometrischen Untersuchung unterzogen, und die Resultate mitgeteilt (Spalte 7 und 11). Vergleicht man die angeführten Refraktometerwerte der Alkoholdestillate mit der Alkoholabelle nach Wagner und diejenigen der Extrakte mit den entsprechenden Zahlen der Tab. I, so wird man hier eine weniger gute Übereinstimmung wahrnehmen können. Diese Erscheinung findet ihre Erklärung in den unvermeidlichen Fehlern sowohl bei der Gewinnung der einzelnen Bestandteile, als auch beim Refraktometerieren derselben, was sich insbesondere auf den Alkohol bezieht. Die Differenzen sind auch beim Alkohol größer als beim Extrakt.

Wir haben bis jetzt die aräometrisch-refraktometrische Methode vorwiegend als eine analytische Methode kennen gelernt, welche den Alkohol- und Extraktgehalt in Maischen schnell und sicher ermitteln läßt. Im folgenden soll nun auf andere nicht weniger wichtige Momente hingewiesen werden, welche sich aus der Kenntnis des Lichtbrechungsvermögens der einzelnen Bestandteile, aus welchen jede Maische zusammengesetzt ist — des Extraktes und des Alkohols — für die Betriebskontrolle ergeben.

Die Saccharometeranzeige gibt bekanntlich an, wieviel Gewichtsteile Rohrzucker in 100 Gewichts-

³⁾ Chem.-Ztg. 1906, 685.

⁴⁾ Bei Vergärungen unter 0 sind die auf die Saccharometeranzeige sich beziehenden Angaben der Interpolationstafel selbstverständlich in umgekehrtem Sinne zu entnehmen, d. h. mit + beim Alkohol und — beim Extrakt.

⁵⁾ Vgl. hierzu die von mir mitgeteilten Untersuchungsergebnisse von 30 Maisen, Chem.-Ztg. 1908, 176.

teilen Flüssigkeit enthalten sind. Da wir es in Maischen nicht mit reinen Zuckerlösungen zu tun haben, sondern mit Gemischen von Maltose, Dextrinen, unvergärbaren Extraktivstoffen, so entspricht auch niemals ein Grad des Ballingschen Saccharometers einem Prozent Trockensubstanz in 100 Gewichtsteilen der Lösung. Die saccharometrische Untersuchung, die nur als eine vereinfachte, für technische Zwecke genügend genaue Bestimmung des spez. Gew. zu betrachten ist, kann uns nie und niemals über die Verschiedenheit in der Zusammensetzung des Extraktes, welcher in jeder Maische, sei es süße, gärende oder vergorene, enthalten ist, Aufschluß geben.

Wie Tabelle I lehrt, kann das Lichtbrechungsvermögen von aus verschiedenen Maischen gewonnenen Extraktresten bei gleichem spez. Gew. ganz bedeutende Differenzen aufweisen, verursacht zunächst durch die Verschiedenheit der Ausgangsmaterialien, aus welchen die betreffenden Maischen hergestellt sind. Die Refraktion der alkoholfreien „Maische“ (des Extraktrestes) läßt somit ganz sichere Schlüsse auf die Rohmaterialien, aus welchen die Maische hergestellt ist, ziehen und gestattet die Beantwortung der Frage, ob eine Kartoffel-, Mais- oder andere Maische vorliegt. Wir sind somit, solange eine treberfreie Maische vorliegt, nicht mehr gezwungen, nur etwa den Geruch und Geschmack derselben als ausschlaggebend bei der Beantwortung dieser Frage geltend machen zu lassen.

Zur Untersuchung des Extraktrestes wird in einem bestimmten Volumen der betreffenden Maische der Alkohol in üblicher Weise durch Verdampfen verjagt, und der Rest auf das ursprüngliche Volumen aufgefüllt. Das zur Herstellung der Maische verwendete Rohmaterial ergibt sich aus dem Vergleiche der Saccharometeranzeige und Refraktion des eben erhaltenen Extraktrestes (alkoholfreie „Maische“) mit den Zahlen der Tabelle I.

Des weiteren ist der Extrakt einer reifen Maische anders zusammengesetzt, als einer in Gärung befindlichen, welche noch größere Mengen von Umwandlungsprodukten der Stärke — Maltose und Dextrine — enthält. Dasselbe gilt von einer Maische, bei deren Herstellung ein fehlerhafter Dämpf- oder Maischprozeß stattgefunden hat.

Auch in diesen Fällen läßt sich der Umstand, daß das Lichtbrechungsvermögen der Extrakte je nach der Zusammensetzung derselben sehr verschieden ist, mit Vorteil zur qualitativen Untersuchung der Extraktreste von Maischen nach der eben angedeuteten Richtung verwerten. Bekanntlich wird die Bestimmung der zurückgebliebenen gärfähigen Stoffe in den Extraktresten von reifen Maischen, abgesehen von einer noch umständlicheren eingehenden chemischen Untersuchung, in der Weise ausgeführt, daß ein Teil der entgeisteten Maische mit Hefe und Diastase der Gärung überlassen wird, und aus dem Gewichtsverluste die gärfähigen Stoffe annähernd berechnet. Das Resultat der umständlichen Untersuchung kann erst nach etwa 24 Stunden erhalten werden. Auch die Beantwortung der Frage, ob die abnorme Zusammensetzung des Maischextraktes auf einen Fehler beim Dämpfen oder Maischen zurückzuführen ist,

läßt sich nur durch eine eingehende chemische Untersuchung beantworten.

Bestimmt man nun die Saccharometeranzeige und Refraktion des Extraktrestes einer Maische, so können folgende Fälle in Betracht kommen:

a) Es liegt kein Grund vor, einen fehlerhaft durchgeführten Dämpf- oder Maischprozeß anzunehmen. Ein Vergleich der Saccharometeranzeige und Refraktion des Extraktrestes mit den Zahlen der Tabelle I ergibt eine volle Übereinstimmung: die Maische ist gut, vollständig vergoren, der Extrakt besteht nur aus Nichtzuckerstoffen, welche während der Gärung unverändert bleiben. Der Saccharometeranzeige entspricht eine andere, und zwar eine niedrigere, als die in Wirklichkeit gefundene Refraktion: in diesem Falle enthält die Maische noch gärfähige Stoffe, und zwar in je größeren Mengen, je größer der aus dem Vergleiche der Refraktometergrade sich ergebende Unterschied ist.

b) Man hat sich auf dem einen oder anderen Wege von der Abwesenheit gärfähiger Stoffe im Extraktreste überzeugt oder es liegt kein Verdacht auf das Vorhandensein derselben vor. Zeigt auch in diesem Falle ein Vergleich der Saccharometeranzeige und Refraktion des Extraktrestes mit den Zahlen der Tabelle I keine Übereinstimmung, entspricht also auch hier der Saccharometeranzeige eine andere, ebenfalls niedrigere Refraktion, so läßt dieser Umstand auf einen fehlerhaften Dämpf- oder Maischprozeß schließen. Eine Übereinstimmung der Zahlen spricht dagegen dafür, daß die schlechte Vergärung nur auf einen hohen Quotienten der Maische zurückzuführen ist.

Saccharometeranz.	1	2	3	4	5
der Maische . . .	5,10	5,85	4,55	3,00	1,50
Refrakt. d. Maische	60,60	67,70	60,90	55,40	50,10
Saccharometeranz.					
d. Extraktrestes	8,40	9,05	8,00	6,45	5,05
Refraktion d. Extraktrestes . . .	45,30	48,55	44,4	39,25	34,00

In den angeführten Beispielen röhren die ersten drei Extraktreste von Kartoffelmaischen her, welche einem zweitägigen Gärbottich entnommen wurden. Die Maischen befanden sich somit nur etwa 24 Stunden in Gärung. Nach Tabelle I würden den Saccharometeranzeigen 8,40, 9,05 und 8,00 die Refraktometergrade 44,2, 46,4 und 43,0 entsprechen, sie sind also niedriger als die in Wirklichkeit gefundenen und weisen die erheblichen Differenzen von 1,1, 2,15 und 1,4 Skalenteilen auf. Bei der Herstellung der Maischen wurden keine Fehler weder beim Dämpfen, noch beim Maischen begangen. Die Differenz ist einzlig und allein auf die in nicht unwesentlichen Mengen noch vorhandenen gärfähigen Stoffe zurückzuführen. Die Maischen sind auch nach weiteren 48 Stunden vollständig vergoren; ihre Untersuchung ergab folgende Resultate:

	1	2	3
Saccharometeranzeige d. Maische	1,70	1,80	1,30
Refraktion der Maische . . .	52,30	52,30	52,0
Saccharometeranzeige des Extraktrestes	5,65	5,70	5,40
Refraktion des Extraktrestes .	34,8	34,70	33,6

Hier läßt sich die völlige Übereinstimmung der

Saccharometeranzeige und Refraktion der Extraktreste mit den Zahlen der Tabelle Ia wahrnehmen.

Anders liegen die Verhältnisse bei den letzten zwei Beispielen. Daß die Saccharometeranzeige und Refraktion der Extraktreste hier keine Übereinstimmung mit den Zahlen der Tabelle Ia aufzuweisen imstande sind, muß eine andere Ursache haben, denn weder in der Brennerei, noch im Laboratorium (Gärversuch) konnte eine weitere Gärung der Extrakte nachgewiesen werden. Die Schuld der schlechten Vergärung ist denn auch in dem einen oder anderen Betriebsfehler zu suchen, aber nicht etwa in einem hohen Quotienten der Maische, was durchaus irrtümlich wäre, denn in diesem Falle hätte sich zwischen der Saccharometeranzeige und Refraktion des Extraktrestes einerseits und den Zahlen der Tabelle Ia andererseits eine völlige oder fast völlige Übereinstimmung nachweisen lassen. Eine nähere Untersuchung der Verhältnisse

in den betreffenden Brennereien hat auch ergeben, daß in beiden Fällen ein Dämpfen der Kartoffeln bei zu hohem Drucke, wobei verschiedene unvergärbare Umwandlungsprodukte der Stärke entstehen, die Ursache der schlechten Vergärung war. ■

Es bleibt mir noch die erfolgreiche Anwendbarkeit der aräometrisch-refraktometrischen Methode zur Untersuchung auch des Endproduktes der Spiritusfabrikation — des Rohsprits — zu zeigen. Man verfährt genau, wie oben bei der Untersuchung der Extraktreste dargelegt wurde, bestimmt also das spez. Gew. und die Refraktion des zur Untersuchung vorliegenden Rohsprits, liest in der Alkoholtabelle nach Windisch den entsprechenden Alkoholwert in Volumprozenten ab, und sucht den auf denselben fallenden Refraktometergrad in der Alkoholtabelle nach Wagner⁷⁾. Der Grad der Verunreinigung des Rohsprits ergibt sich aus dem Vergleiche beider Refraktometerzahlen. ■

Spritsorte	Spez. Gewicht	Alkohol Vol. % (Windisch)	Refraktion	Dem Alkohol entsprechende Refraktion (Wagner)	Differenz
Rohsprit einer Kartoffelbrennerei	0,8261	92,41	102,25	101,70	0,55
Rohsprit einer Kartoffelbrennerei	0,8273	92,08	102,20	101,90	0,30
Zwetschgenbranntwein	0,9333	50,73	86,35	86,40	0,05
„Alkohol“	0,8124	96,03	99,45	99,00	0,45
„Feinsprit“	0,8098	96,66	98,55	98,40	0,15
„Weinsprit“	0,8281	91,84	102,00	102,00	0,00
„Feinsprit“ (Ilges)	0,8349	89,82	102,85	102,85	0,00

In der Zusammenstellung der Untersuchungsergebnisse⁶⁾ von Spriten verschiedener Herkunft und Qualität enthält Spalte 4 die Refraktometergrade, welche den Alkoholgehalten entsprechen würden, wenn die Sprites absolut rein wären. Die Differenz zwischen den wirklich ermittelten Refraktometerwerten (Spalte 3) und denjenigen absolut reiner Sprites ist geringer, je reiner das vorliegende Produkt ist, und steigt mit der Verunreinigung desselben, sei es durch Nebenprodukte der Gärung, die sich nur sehr schwer vom Äthylalkohol bei der Destillation und Rektifikation trennen lassen (Fuselöle, Aldehyde, Furfurol), sei es durch zufällige Verunreinigungen organischer oder anorganischer Natur.

So beträgt die Differenz beim Rohprodukt einer Kartoffelbrennerei, erzeugt mit einem halbkontinuierlichen Destillierapparat primitiver Konstruktion in einem Falle 0,55, in einem anderen 0,30; bei einem verd. Zwetschgenbranntweine 0,05. Die nächstfolgenden drei Proben bilden die Produkte der Rektifikation eines der vollkommensten Apparate. Beim „Alkohol“, der als Abfallprodukt zu betrachten ist, beträgt die Differenz 0,45, ist also groß. Wesentlich niedriger ist sie beim „Feinsprit“, und verschwindet beim „Weinsprit“. Auch bei einem „Feinsprit“ eines Rektifizierapparates von Ilges hat sich keine Differenz wahrnehmen lassen.

Die von mir vorgeschlagene Voruntersuchung von Rohspriten wird in den überaus meisten Fällen

⁶⁾ Die spez. Gew. wurden mit dem Pyknometer ermittelt.

Anhaltspunkte zur Beurteilung des vorliegenden Produktes geben, und den Charakter der weiteren Untersuchung bestimmen. Liegt die Differenz innerhalb weniger Zehntelgrade an Refraktometer, so ist sie mit aller Wahrscheinlichkeit nur auf Verunreinigung des Sprites mit Fuselölen usw. zurückzuführen, welche stärkere lichtbrechende Eigenschaften besitzen als Äthylalkohol und somit die Refraktion nicht unwesentlich beeinflussen. Eine größere Differenz deutet außerdem auf die Anwesenheit auch anderer Verunreinigungen. Ob sich auf der hier angedeuteten Grundlage eine Methode zur quantitativen Bestimmung der Fuselöle in Spriten und Branntweinen aufbauen lassen wird, muß ich bis auf weiteres dahingestellt lassen, da ich bis jetzt nicht in der Lage war, meine in dieser Richtung angestrebten Untersuchungen zu einem gewünschten Abschluße zu bringen.

Zum Schlusse sei es mir gestattet, die Hauptergebnisse und Erfahrungen, die ich bei der kombinierten Anwendung des Saccharometers und Refraktometers zur Untersuchung sowohl der Zwischenprodukte als auch der Roh- und Endprodukte der Spiritusfabrikation gemacht habe, hier zusammenfassend kurz zu wiederholen.

1. Die Kenntnis der Saccharometeranzeige und Refraktion einer gärenden oder „reifen“ Maische läßt ganz sichere Schlüsse auf ihre Zusammensetzung ziehen. Von zwei Maischen, welche dasselbe

⁷⁾ „Tabellen zum Eintauchrefraktometer“, Sondershausen 1907, 42.

Tabelle II.

Zur aräometrisch-refraktometrischen Bestimmung des Alkohols und Extraktes (wirkliche Vergärung) in Maischen aus der Saccharometeranzeige und Refraktion bei 14° R. (17,5° C.).

Refraktion	—2,00° Bal.		—1,00° Bal.		0,00° Balling						1,00° Balling					
	Mais-maischen		Mais-maischen		Kartoffel-maischen		Mais-maischen		Gemischte Kartoffel-Mais-maischen usw.		Kartoffel-maischen		Mais-maischen		Gemischte Kartoffel-Mais-maischen usw.	
	Alkohol Vol.-%	Extrakt ° Bal.	Alkohol Vol.-%	Extrakt ° Bal.	Alkohol Vol.-%	Extrakt ° Bal.	Alkohol Vol.-%	Extrakt ° Bal.	Alkohol Vol.-%	Extrakt ° Bal.	Alkohol Vol.-%	Extrakt ° Bal.	Alkohol Vol.-%	Extrakt ° Bal.	Alkohol Vol.-%	Extrakt ° Bal.
25	5,96	0,65	4,56	1,00	4,06	1,33	3,16	1,50	3,61	1,41	2,66	1,95	1,76	1,90	2,21	1,92
26	6,34	75	95	10	44	47	54	61	99	56	3,04	2,10	2,14	2,00	59	2,05
27	73	85	5,33	22	83	60	93	72	4,38	66	43	25	53	10	98	17
28	7,11	95	72	33	5,21	74	4,31	83	76	78	81	40	91	20	3,36	30
29	50	1,05	6,10	44	60	87	70	94	5,15	90	4,20	2,52	3,30	30	75	42
30	88	15	48	55	98	2,00	5,08	2,05	53	2,02	58	64	68	40	4,13	55
31	8,27	25	87	66	6,37	14	47	16	92	14	97	76	4,07	52	52	66
32	65	35	7,25	77	75	27	85	27	6,30	26	5,35	88	45	64	90	77
33	9,04	45	64	88	7,14	40	6,24	38	69	38	74	3,00	84	76	5,29	88
34	42	55	8,02	99	52	52	62	49	7,07	50	6,12	12	5,22	88	67	99
35	81	65	41	2,10	91	64	7,01	60	46	62	51	24	61	3,00	6,06	3,10
36	10,19	75	79	20	8,29	76	39	71	84	74	89	36	99	12	44	21
37	58	85	9,18	30	68	88	78	82	8,23	86	7,28	48	6,38	24	83	32
38	96	95	56	40	9,06	3,00	8,16	93	61	98	66	60	76	36	7,21	43
39	11,35	2,05	95	50	45	12	55	3,04	99	3,10	8,04	72	7,14	48	59	54
40	73	15	10,33	60	83	24	93	15	9,38	21	43	84	53	60	98	65
41	12,12	25	72	70	10,21	36	9,31	25	76	32	81	96	91	70	8,36	76
42	50	35	11,10	80	60	48	70	35	10,15	44	9,20	4,08	8,30	80	75	87
43	88	45	48	90	98	60	10,08	45	53	55	58	20	68	90	9,13	98
44	13,27	55	87	3,00	11,37	72	47	55	92	66	97	32	9,07	4,00	52	4,09
45	65	65	12,25	10	75	84	85	65	11,30	77	10,35	44	45	10	90	20
46	14,04	75	64	20	12,14	96	11,24	75	69	88	74	56	84	20	10,29	31
47	42	85	13,02	30	52	4,08	62	85	12,07	99	11,12	68	10,22	30	67	42
48	31	95	41	40	91	20	12,01	95	46	4,10	51	80	61	40	11,06	53
49	15,19	3,05	79	50	13,29	32	39	4,05	84	20	89	92	99	50	44	64
50	58	15	14,18	60	68	44	78	15	13,23	30	12,28	5,04	11,38	60	83	75
51			56	70	14,06	56	13,16	24	61	40	66	16	76	70	12,21	86
52			95	80	45	68	55	33	99	50	13,04	28	12,14	80	59	97
53			15,33	90	84	80	93	42	14,38	60	43	40	53	90	98	5,08
54			72	4,00	15,21	92	14,31	51	76	70	81	52	91	5,00	13,36	19
55					60	5,04	70	60	15,15	80	14,20	64	13,30	09	75	30
56					98	16	15,08	,69	53	90	58	76	68	18	14,13	41
57							47	78	92	5,00	97	88	14,07	27	52	52
58								85	87		15,35	6,00	45	36	90	63
59										74	12	84	45	15,29	74	
60												15,22	54	67	85	

Interpolationstafel.

Refraktometergrade:	0,050	100	150	200	250	300	350	400	450	500	550	600	650	700	750	800	850	900	950
Refraktion	{ Alkohol +	— 0,05 —	0,10 —	0,10 —	0,15 —	0,20 —	0,20 —	0,20 —	0,25 —	0,30 —	0,30 —	0,35 —							
Saccharometeranzeige	{ Extrakt +	— 0,01 —	0,02 —	0,04 —	0,05 —	0,06 —	0,07 —	0,08 —	0,09 —	0,10 —									

spez. Gew., also dieselbe Saccharometeranzeige aufweisen, wird diejenige mehr Alkohol und Extrakt enthalten, die eine höhere Refraktion besitzt, und beide Maischen müssen denselben Alkohol- und Extraktgehalt haben, falls sie eine und dieselbe

Vergärung und Refraktion besitzen. Bei gleicher Refraktion geht eine höhere Saccharometeranzeige Hand in Hand mit einer Verminderung des Alkoholgehaltes, eine niedrige mit einer Erhöhung.

2. Aus der Saccharometeranzeige und

Tabelle II (Fortsetzung).

Zur aräometrisch-refraktometrischen Bestimmung des Alkohols und Extraktes (wirkliche Vergärung) in Maischen aus der Saccharometer-anzeige und Refraktion bei 14° R (17,5 C).

Refraktion.	2,00° Balling						3,00° Balling						4,00° Balling					
	Kartoffel-maischen		Mais-maischen		Gemischte Kartoffel-Mais-maischen usw.		Kartoffel-maischen		Mais-maischen		Gemischte Kartoffel-Mais-maischen usw.		Kartoffel-maischen		Mais-maischen		Gemischte Kartoffel-Mais-maischen usw.	
	Alkohol Vol.-%	Extrakt ° Bal.	Alkohol Vol.-%	Extrakt ° Bal.	Alkohol Vol.-%	Extrakt ° Bal.	Alkohol Vol.-%	Extrakt ° Bal.	Alkohol Vol.-%	Extrakt ° Bal.	Alkohol Vol.-%	Extrakt ° Bal.	Alkohol Vol.-%	Extrakt ° Bal.	Alkohol Vol.-%	Extrakt ° Bal.	Alkohol Vol.-%	Extrakt ° Bal.
25	1,26	2,48	0,36	2,30	0,81	2,39												
26	64	62	74	44	1,19	53	0,25	3,02										
27	2,03	76	1,13	58	58	67	63	16	0,18	3,09								
28	41	90	51	71	96	80	1,01	30	0,12	3,13	56	22						
29	80	3,04	90	83	2,35	93	40	44	50	27	95	35	0,00	3,95				
30	3,18	18	2,28	95	73	3,06	78	58	88	40	1,33	48	38	4,09				
31	57	32	67	3,07	3,12	19	2,17	72	1,27	3,52	72	61	77	23			0,32	4,06
32	95	3,46	3,05	19	50	31	55	86	65	64	2,10	74	1,15	37	0,25	4,02	70	20
33	4,34	60	43	31	89	43	93	4,00	2,04	76	49	87	54	51	63	16	1,09	34
34	72	72	82	43	4,27	55	3,32	14	42	88	87	4,00	92	65	1,02	30	47	48
35	5,11	84	4,20	55	66	67	70	28	81	4,00	3,26	13	2,30	79	40	44	86	62
36	49	96	59	67	5,04	79	4,09	42	3,19	12	64	26	69	93	79	58	2,24	76
37	88	4,08	97	79	43	91	47	56	58	24	4,03	39	3,07	5,07	2,17	73	63	90
38	6,26	20	5,36	91	81	4,03	86	70	96	36	41	52	46	21	56	87	3,01	5,04
39	64	32	74	4,03	6,19	14	5,24	84	4,35	48	79	65	84	35	94	5,01	39	16
40	7,03	44	6,13	15	58	25	63	98	73	60	5,18	78	4,23	49	3,33	15	78	28
41	41	56	51	25	96	36	6,01	5,12	5,12	70	56	91	61	63	71	24	4,16	40
42	80	68	90	35	7,35	47	40	26	50	80	95	5,04	5,00	77	4,10	33	55	52
43	8,18	80	7,28	45	73	58	78	40	88	90	6,33	17	38	91	48	42	93	64
44	57	92	67	55	8,12	69	7,17	52	6,27	5,00	72	30	77	6,05	87	51	5,32	76
45	95	5,04	8,05	65	50	80	55	64	65	10	7,10	43	6,15	19	5,25	60	70	88
46	9,34	16	43	75	89	91	93	76	7,04	20	49	54	54	34	63	69	6,09	6,00
47	72	28	82	85	9,27	5,02	8,32	88	42	30	87	65	92	48	6,02	78	47	11
48	10,11	40	9,20	95	66	12	70	6,00	81	40	8,26	76	7,30	60	40	87	86	22
49	49	52	59	5,05	10,04	24	9,09	12	8,19	50	64	87	69	72	79	96	7,24	23
50	88	64	97	15	43	33	47	24	58	60	9,03	95	8,07	84	7,17	6,05	63	44
51	11,26	76	10,36	24	81	44	86	36	96	70	41	6,09	46	96	56	14	8,01	55
52	64	88	74	33	11,19	54	10,24	48	9,35	80	79	20	84	7,08	94	23	39	66
53	12,03	6,00	11,13	42	58	65	63	60	73	90	10,18	31	9,23	20	8,33	32	78	77
54	41	12	51	51	96	75	11,01	72	10,12	6,00	56	41	61	32	71	41	9,16	88
55	80	24	90	60	12,35	86	40	84	50	09	95	52	10,00	44	9,10	50	55	99
56	13,18	36	12,28	69	73	96	78	96	88	18	11,33	62	38	56	48	59	93	7,10
57	57	48	67	78	13,12	6,07	12,17	7,08	11,27	27	72	73	77	68	87	68	10,32	21
58	95	60	13,05	87	50	17	55	20	65	36	12,10	84	11,15	80	10,25	77	70	32
59	14,34	72	43	96	89	28	93	32	12,04	45	49	94	54	92	63	86	11,09	43
60	72	84	82	6,05	14,27	39	13,32	44	42	54	87	7,05	92	8,04	11,02	95	47	54
61	15,11	96	14,20	14	66	50	70	56	81	63	13,26	15	12,30	16	40	7,04	86	65
62	49	7,08	59	22	15,04	61	14,09	68	13,19	72	64	25	69	28	79	13	12,24	76
63	88	20	97	31	43	71	47	80	82	81	14,03	35	13,07	40	12,17	22	63	87
64			15,36	39	81	82	86	92	96	90	41	45	46	52	56	30	13,01	98
65			74	48			15,24	8,04	14,35	99	79	55	84	64	94	39	8,09	
66							63	16	73	7,08	15,18	65	14,23	76	13,33	47	78	20

Refraktion einer ganz oder noch nicht vollständig vergorenen Maische lässt sich sofort, rasch, sicher und genügend genau der Alkoholgehalt und die wirkliche Vergärung (Extrakt) ermitteln. Die ganze Bestimmung erfordert zu ihrer Ausführung nur wenige Minuten, ist somit nicht nur im Laboratorium, sondern auch an Ort und Stelle, also in der Brennerei selbst mit Leichtigkeit auszuführen. Neben ihrer Zuverlässigkeit ist die aräometrisch-

refraktometrische Methode der Maischuntersuchung als die einfachste und schnellste unter den bis jetzt verfügbaren zur Bestimmung der Zusammensetzung einer Maische, zur Ermittlung ihres Alkohol- und Extraktgehaltes, zu bezeichnen.

3. Bei Untersuchung von Maischen im Betriebe selbst bietet die Bestimmung der Refraktion allein gute Dienste, insbesondere zur Verfolgung des Fortschreitens der Vergärung. Die Refraktion einer gärenden Maische befindet sich in steter Abnahme.

Zusammenstellung von Untersuchungsergebnissen.

Laufende Nr. d. Brennereien	Saccharo- meter- anzeige (Balling)	Refrak- tion (Zeiß) bei 17,5° C	Alkohol Vol.-% Destil- lations- methode	Alkohol Vol.-% nach Tabelle II	Differenz in %	Refrak- tion des Alkohol- destil- lates	Extrakt (wirkliche Vergärung) gespindelt (Balling)	Extrakt (wirkliche Vergärung) nach Tabelle II (Balling)	Differenz in %	Refrak- tion des Extraktes	Refraktion der Maische berechnet $R = (r + r_i) - 15$
--------------------------------	---	---	---	---	-------------------	---	--	--	-------------------	----------------------------------	--

A. Maismaischen.

1	-1,05	48,75	13,80	13,75	-0,05	34,70	3,30	3,45	+0,15	28,65	48,35
2	+0,35	46,90	11,20	11,20	+0,00	30,70	3,95	4,07	+0,12	30,70	46,40
3	+0,10	46,20	11,40	11,20	-0,20	30,75	3,85	3,83	-0,02	30,10	45,85
3	+1,30	53,00	12,10	12,10	+0,00	32,20	5,20	5,08	-0,12	35,30	52,50
3	+0,05	51,40	13,20	13,25	+0,05	33,25	4,25	4,32	+0,07	32,70	50,95
3	+0,50	47,20	11,10	11,00	-0,10	—	—	4,17	—	—	—
3	+0,05	51,90	13,30	13,45	+0,15	33,40	4,50	4,37	-0,13	33,00	51,40
3	-0,05	47,60	11,90	11,90	+0,00	31,45	3,85	3,89	+0,04	30,60	47,05
3	-0,20	47,00	12,00	11,90	-0,10	31,75	3,65	3,73	+0,08	29,70	46,45
3	-0,25	46,20	11,70	11,70	+0,00	31,00	3,55	3,55	±0,00	29,70	45,70
4	+0,40	47,80	11,50	11,35	-0,15	31,50	—	4,18	—	—	—
5	+0,15	48,60	12,10	12,00	-0,10	—	—	4,11	—	—	—
6	-0,40	43,60	11,00	10,85	-0,15	30,60	3,30	3,28	-0,02	27,80	43,40
7	+0,50	47,20	11,10	11,00	-0,00	—	—	4,17	—	—	—
8	+2,40	54,30	10,90	11,05	+0,15	30,10	—	5,80	—	—	—
9	-0,30	51,80	13,80	13,90	+0,10	34,70	4,10	4,15	+0,05	31,70	51,40
10	-0,25	46,50	11,70	11,80	+0,10	31,75	3,70	3,66	-0,04	29,50	46,25
11	-0,75	45,30	12,20	12,00	-0,20	32,05	3,20	3,20	±0,00	27,90	44,95
12	+1,50	49,60	10,50	10,50	±0,00	29,90	4,85	4,85	±0,00	34,40	49,30
13	+1,00	44,00	9,20	9,10	-0,10	27,20	4,00	4,00	±0,00	31,30	43,50
14	+0,20	47,50	11,30	11,50	+0,20	31,25	3,90	3,90	+0,00	31,00	47,25
15	+0,90	40,80	8,10	8,00	-0,10	26,25	3,65	3,65	±0,00	29,70	40,95
16	-0,10	49,50	12,90	12,75	-0,15	33,05	4,00	4,05	+0,05	31,00	49,05
17	-0,90	44,30	11,70	11,80	+0,10	31,55	3,10	3,10	±0,00	27,55	44,10

B. Gemischte Maischen aus Kartoffeln und Mais.

18	0,30	50,20	12,90	12,90	±0,00	33,40	4,40	4,50	+0,10	31,60	50,00
19	1,25	52,60	12,40	12,45	+0,05	—	—	5,20	—	—	—
20	0,70	46,40	10,80	10,85	+0,05	29,90	4,20	4,35	+0,15	31,10	46,00
21	0,65	46,40	10,60	10,40	-0,20	30,20	—	4,32	—	30,80	46,00
22	0,10	41,45	9,80	9,80	±0,00	28,55	3,25	3,44	+0,19	27,50	41,05

C. Maische von Preßhefefabriken.

23	1,10	29,80	3,90	3,90	±0,00	20,00	2,80	2,59	-0,21	25,20	30,20
24	1,15	29,45	3,90	3,75	-0,15	20,00	2,80	2,57	-0,23	25,00	30,00
25	1,40	30,00	3,50	3,55	+0,05	—	—	2,79	—	—	—

4. Die aräometrisch-refraktometrische Untersuchung der aus den Maischen durch Verjagen des Alkohols und Auffüllen auf das ursprüngliche Volumen gewonnenen Extrakte gestattet einen tieferen Einblick in die Zusammensetzung desselben. Das Vorhandensein von gärungsfähigen Stoffen, ein fehlerhaft durchgeführter Dämpf- oder Maischprozeß, die Art des zur Herstellung der Maische verwendeten Rohmateriales — zur Beantwortung aller dieser Fragen gibt die ebenso einfache, wie zuverlässige Untersuchung des Maischextraktes allein mit dem Saccharometer und Eintauchrefraktometer gewichtige Anhaltspunkte, und macht somit eine eingehende, viel Zeit und Arbeit raubende chemisch-inikroskopische Untersuchung, die nur im Laboratorium, nicht aber im Betriebe selbst ausgeführt werden kann, in den überaus meisten Fällen überflüssig.

5. Durch die aräometrisch-refrak-

tometrische Untersuchung des Endproduktes der Spiritusfabrikation — des Rohsprits*) — lässt sich der Grad der Verunreinigung derselben in einfachster Weise feststellen. Diese Voruntersuchung von Rohspriten wird in den überaus meisten Fällen zur Beantwortung der Frage genügen, ob das zur Untersuchung vorliegende Produkt wesentlich verunreinigt ist, ob die Verunreinigung in den bei der Gärung entstehenden Nebenprodukten ihre Erklärung findet, oder aber die Ursache sich auf das Vorhandensein anderer Extraktivstoffe anorganischer oder organischer Natur zurückführen lässt.

6. Die große Genauigkeit und Zuverlässigkeit

*) Die Ermittlung des Alkohols in Alkohol-Wassermischungen mit dem Eintauchrefraktometer unter Zugrundelegung der Alkoholtabelle von W a g n e r ist nicht weniger einfach und zuverlässig als die Gehaltsbestimmung mit dem Alkoholometer.

der Extraktbestimmung auf optischem Wege mit dem Zeisschen Eintauchrefraktometer ist einer Methode zur Bestimmung des Stärkewertes im Mais aus der unter ganz bestimmten Voraussetzungen ermittelten Extraktausbeute zugrunde gelegt⁹⁾. Die Arbeitsweise besteht darin, daß man 5 g des feingemahlenen Maises unter Vermeidung des Hochdruckes in angegebener Weise verflüssigt und verzuckert, auf 100 ccm auffüllt, filtriert und im Filtrate den Extraktgehalt mit dem Eintauchrefraktometer in einfacher Weise ermittelt. Diese Arbeitsweise macht somit die bei der gegenwärtigen Methode so lästige Inversion mit Salzsäure und die nicht weniger umständliche Bestimmung des Zuckers mit Fehlingscher Lösung vollständig überflüssig. Der auf beschriebene Weise erhaltenen „scheinbare“ Stärkewert, sowie der „wirkliche“ Stärke- und Alkoholwert sind in einer beigefügten Tabelle zu finden. Das Resultat der Untersuchung kann innerhalb 5—6 Stunden bekannt gegeben werden¹⁰⁾.

Beiträge zur Siliciumbestimmung im hochprozentigen Ferrosilicium.

Von GEORG PREUSS, Gelsenkirchen-Schalke.

(Eingeg. 12. I. 1910.)

In der Zeitschrift Stahl und Eisen vom 15./3. 1905, S. 334, fand ich einen Artikel über Siliciumbestimmung im hochprozentigen Siliciumeisen. Es

handelt sich bei dieser Methode um den Aufschluß eines 50%igen Ferrosiliciums im Nickeltiegel mittels kieselsäurefreien Kaliumhydroxyds. Da am Schlusse dieses Artikels erwähnt wurde, daß sich leider nur der Versuch beim 50%igen Ferrosilicium ausführen lassen konnte, da kein anderes zur Verfügung stand, auch ich in den weiteren Zeitschriften von Stahl u. Eisen keine Versuche dieser Methode mehr vorfand, brachte ich folgende Siliciumbestimmungen zur Ausführung: Es kamen zur Untersuchung 25-, 50-, 75- und 90%iges Ferrosilicium, sowie ein Siliciumcarbid. Das Material wurde im Achatmörser bis zur Mehlfeinheit zerrieben. Als Aufschlußmaterial diente erstens: Eine Mischung von ca. 10 g Natriumkaliumcarbonat und 0,5 g Natriumsuperoxyd, untermischt mit 0,5 g Ferrosilicium im Platintiegel. Zweitens: 0,5 g Siliciumeisen bedeckt mit ca. 10 g Kaliumhydroxyd (puriss. SiO_2 frei), welches in ganz kleinen Stückchen zerstoßen wurde, im ca. 100 ccm fassenden Nickeltiegel. Man erwärmt, um jedes Spritzen zu vermeiden, den bedeckten Tiegel mit ganz kleiner Flamme ca. 20 Minuten, darauf 20 Minuten stark, und ein guter Aufschluß ist erreicht. Nach dem Erkalten legt man den Tiegel mit Deckel in eine Kasserolle und übergießt denselben mit warmem Wasser, worauf sich bei weiterem Erwärmen die Schmelze aus dem Tiegel glatt herauslöst. Die Flüssigkeit in der mit einem Uhrgläse bedeckten Kasserolle wird angesäuert und zu trocken verdampft. Beide Methoden erfordern ein zweimaliges Eindampfen, wie aus angeführten Resultaten ersichtlich.

Proben		25%	50%	75%	90%	Siliciumcarbid
Platintiegel	Eindampfung I	27,29	55,20	76,13	89,05	54,18
	II	0,65	0,78	0,92	1,33	0,65
	Summa Si	27,94%	55,98%	77,05%	90,38%	54,83%
Nickeltiegel	Eindampfung I	27,57	54,71	75,76	88,45	53,94
	II	0,56	1.13	1,15	1,57	0,94
	Summa Si	28,13%	55,84%	76,91%	90,02%	54,88%

Da die Werte der beiden Methoden eine gute Übereinstimmung zeigen, auch der Nickeltiegel bei zahlreicher Anwendung kaum angegriffen wird, so wäre die Aufschließung mittels Kaliumhydroxyds im Nickeltiegel, wo viel hochprozentiges Silicium-

eisen zur Untersuchung gelangt, sehr zu empfehlen und eine enorme Ersparnis an Platintiegeln erzielt.

Beim 10%igen Ferrosilicium empfiehlt sich folgende Methode: 0,5 g Siliciumeisen werden in einem Becherglaskolben unter Zugabe von 10 g Kaliumchlorat und 100 ccm konz. Salzsäure eine Stunde auf einer Dampfplatte oder im Sandbade bei ca. 100° erwärmt, darauf in eine Kasserolle übergeführt und eingedampft. Da die Kieselsäure aber, obwohl sie rein weiß erscheint, doch stets 0,5 bis 1,5% zu hohe Werte gibt, müßte danach ein Aufschluß mit Kalium-Natriumcarbonat im Platintiegel oder ein solcher mit Kaliumhydroxyd im Nickeltiegel erfolgen. Ein zweites Eindampfen der Flüssigkeit ist auch hierbei erforderlich. [A. 8.]

⁹⁾ Chem.-Ztg. 1908, Nr. 14 u. 15.

¹⁰⁾ Vorliegende Untersuchungen wurden zum größten Teil im brennereitechnischen Institute für Bayern (Weihenstephan) ausgeführt. Ich kann nicht umhin, dem Vorstande des Institutes, Herrn Prof. Dr. M. Bücheler, für die freundliche Überlassung des umfangreichen, vielseitigen Untersuchungsmaterials, für das Entgegenkommen und Interesse auch an dieser Stelle meinen innigsten Dank auszusprechen.