

berechnet man, welche prozentische Zusammensetzung die betreffende Lösung im Augenblick der beginnenden Trübung hatte und kennzeichnet den dieser Zusammensetzung entsprechenden Punkt innerhalb des Feldes A B C. Die Verbindungslinie mehrerer so gefundener Punkte ist dann die Kurve D E.

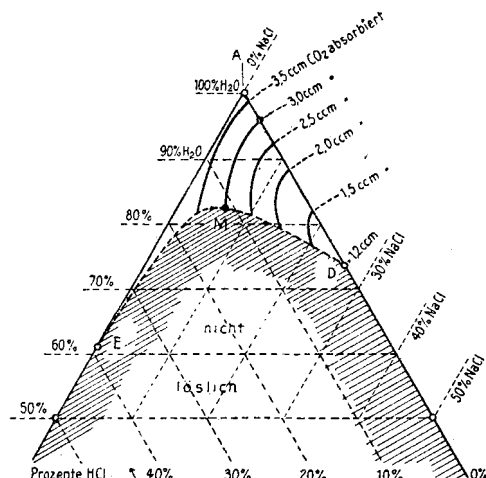


Fig. 3. Löslichkeit von Kohlensäure in wässrigen Lösungen von Natriumchlorid und Salzsäure.

Nach Ermittlung der Kurve D E wurden innerhalb des durch sie abgeschnittenen Dreiecksfeldes A D E (Fig. 3) eine kleine Anzahl Punkte in annähernd gleichmäßiger Verteilung ausgewählt und gemäß der durch ihre Koordinaten gekennzeichneten prozentischen Zusammensetzung entsprechende Lösungen aus Kochsalz, Wasser und Salzsäure hergestellt. Je 10 ccm einer jeden dieser Lösungen wurden in der weiter oben beschriebenen Weise mit einem 50 %igen Gemisch von Luft und Kohlensäure in innige Berührung gebracht und jeweils die Anzahl ccm Gas gemessen, die hierbei von den 10 ccm Flüssigkeit absorbiert worden waren. Die erhaltenen Absorptionswerte in ccm Kohlensäure wurden bei jedem zugehörigen Punkte des Feldes A D E danebengeschrieben, die Zwischenwerte auf dem üblichen zeichnerischen Wege ergänzt, und schließlich alle gleichhohen Zahlenwerte (z. B. 3,0 ccm CO_2) durch je eine gemeinsame Kurve (z. B. M N) miteinander verbunden.

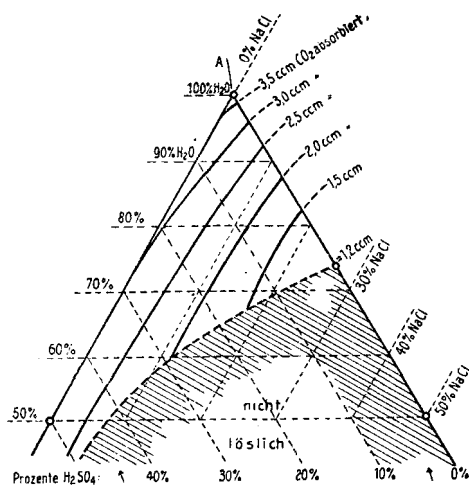


Fig. 4. Löslichkeit von Kohlensäure in wässrigen Lösungen von Natriumchlorid und Schwefelsäure.

Genau in der gleichen Weise wurden entsprechende Versuche mit Kochsalzlösung unter Zusatz von Schwefelsäure durchgeführt, und das Ergebnis in den Figg. 2 und 4 niedergelegt. Hier ergibt sich ein anderes Bild schon deshalb, weil 100 %ige Schwefelsäure in wasser-

freiem Zustande als Flüssigkeit bestehen kann und infolgedessen die Kurve, die das Feld des Nichtlöslichen vom Feld des Löslichen trennt, von F aus bis zur Dreiecksspitze B verläuft.

Die Kurvenscharen der Figg. 3 und 4 lehren nun das folgende: 1. Die Löslichkeit von Kohlensäure ist in verdünnter Salzsäure und Schwefelsäure fast ebenso groß wie in reinem Wasser. Ein Zusatz von Salzsäure oder Schwefelsäure zu gasanalytischem Sperrwasser ist also zwecklos. 2. Die Löslichkeit von Kohlensäure in wässrigen Lösungen von Natriumchlorid nimmt mit zunehmendem Natriumchloridgehalt ziemlich gleichmäßig ab, ganz gleichgültig, ob im übrigen Schwefelsäure zugegen ist oder nicht. Ein Zusatz von Schwefelsäure zu einer aus Kochsalzlösung bestehenden gasanalytischen Sperrflüssigkeit ist also zwecklos. 3. Die Löslichkeit von Kohlensäure in wässrigen Lösungen von Natriumchlorid nimmt, wenn man bei Aufrechterhaltung desselben Natriumchloridgehaltes einen Teil des Wassers durch Salzsäure ersetzt, nur noch zu. Ein Zusatz von Salzsäure zu einer aus Kochsalzlösung bestehenden gasanalytischen Sperrflüssigkeit ist also nicht nur zwecklos, sondern sogar schädlich.

Ich verwende daher als gasanalytische Sperrflüssigkeit grundsätzlich eine (wegen der Gefahr des Auskristallisierens) nicht völlig konzentrierte Lösung von 22 G. T. chemisch reinem Natriumchlorid in 78 G. T. Wasser, ohne jeden Säurezusatz. Die Verwendung von chemisch reinem Natriumchlorid an Stelle des Kochsalzes des Handels empfiehlt sich, weil Kohlensäure darin im Verhältnis von etwa 14 : 15 weniger löslich ist als in einer gleichstarken Kochsalzlösung.

Die vorstehend empfohlene Sperrflüssigkeit ziehe ich einem „gesättigten Sperrwasser“ bei weitem vor, was an anderer Stelle³⁾ näher begründet werden soll.

Zusammenfassung:

Die Verwendung von verdünnten Säuren als gasanalytische Sperrflüssigkeit bietet ebenso wie der Zusatz von Säuren zu Kochsalzlösungen keinerlei Vorteil gegenüber der Verwendung reiner Kochsalzlösung; ein Zusatz von Salzsäure zu der als Sperrflüssigkeit bewährten Kochsalzlösung ist sogar schädlich.

[A. 167.]

Der Nachweis und die Bestimmung von Cocosfett und Milchl fett in Kakaofett.

Von Dr. J. KUHLMANN und Dr. J. GROSSFELD, Recklinghausen.

(Eingeg. 5./9. 1925.)

Verfälschungen von Kakaobutter und Schokoladenzubereitungen des Handels durch Zusatz von Cocosfett sind nicht selten. Ihr Nachweis, besonders, wenn es sich um geringere Zusätze handelt, ist wegen der vorkommenden natürlichen Schwankungen der Kennzahlen von reiner Kakaobutter nach den bisherigen Methoden weniger sicher, besonders auch dann, wenn das betreffende Kakaofett auch noch Milchl fett enthält.

Nun haben vor kurzem S. H. Bertram, H. G. Bos und F. Verhagen¹⁾ ein neues Verfahren zur quantitativen Bestimmung von Cocos- und Milchl fett in Margarine ausgearbeitet und veröffentlicht, das anscheinend allen bisherigen wesentlich überlegen ist. Es zeichnet sich im besonderen durch große Sicherheit in der Ausführung und in der Auswertung der Ergebnisse aus und

³⁾ Hoffmann, Gasanalytische Sperrflüssigkeiten; erscheint in Zeitschrift Feuerungstechnik voraussichtlich Januar 1926.

¹⁾ Ztschr. d. d. Öl- u. Fettindustrie 44, 445—447 u. 459 bis 461 [1924].

liefert, was besonders wertvoll ist, auch noch für kleine Gehalte an Cocosfett und Milchl fett deutliche Ausschläge. Wir haben auf das Verfahren bereits an anderer Stelle²⁾ bei der Frage der Milchl fettbestimmung in Fettgemischen hingewiesen. Es liefert zwei Zahlenwerte, einen für die Fettsäure, deren Magnesiumseifen in Wasser löslich, deren Silberseifen aber darin unlöslich sind, die

„A - Zahl“,

und einen für die flüchtigen Fettsäuren mit löslichen Silberseifen, die

„B - Zahl“.

Beide Zahlen werden in ccm $\frac{1}{10}$ n-Säure (bzw. $\frac{1}{10}$ n-Silbernitratlösung und $\frac{1}{10}$ n-Lauge) bezogen auf je 6,4 g Fett ausgedrückt.

Sehr wertvoll ist es ferner, daß die A-Zahl bei Cocosfett sehr hoch, nämlich im Mittel zu 27,7, bei reinem Milchl fett viel niedriger, zu 6,7, gefunden wurde. Umgekehrt liegt die B-Zahl für reines Cocosfett etwa bei 2,75, für reines Butterfett dagegen bei 33,4. In Palmkernfett wurden A-Zahlen von 16,53–16,76, B-Zahlen von 1,80–1,92 ermittelt. Genannte Verfasser fanden demgegenüber die A-Zahl von Sesamöl zu 0,48, von Leinöl zu 0,40, von Waltran zu 0,45, von Hammeltalg zu 0,70 und von Mowrahfett zu 0,67, die B-Zahlen zu 0,60 bzw. 0,49, bzw. 0,49 bzw. 0,60, bzw. 1,16, also beide Zahlen bedeutend niedriger als in Cocos- und Milchl fett.

Ein besonderer Vorzug der beiden Zahlen besteht weiter darin, daß die A-Zahl praktisch vollständig, die B-Zahl fast vollständig den Gehalten an Cocosfett bzw. Milchl fett parallel laufen. Palmkernfett verhält sich wie ein Gemisch von 59% Cocosfett mit 41% sonstigem Fette mit niedriger A-Zahl und B-Zahl.

Diese hervorragenden Eigenschaften des genannten Verfahrens ließen mit großer Wahrscheinlichkeit erwarten, daß mit seiner Hilfe der sichere Nachweis von Cocosfett in Kakaobutter bis herab auf wenige Prozente, auch in Gegenwart von Milchl fett gelingen muß.

Wir sind zurzeit mit Versuchen hierüber beschäftigt, über die demnächst ausführlich in der Fachliteratur berichtet werden soll. Bei unseren Versuchen machten wir nun die überraschende Beobachtung, daß die A-Zahl von reinen Kakao- und Schokoladenfetten noch erheblich geringer ist als bei allen von Bertram, Bos und Verhagen untersuchten Fetten. So fanden wir:

Nr.	Art des Fettes	A-Zahl	B-Zahl
1	Reine Kakaobutter	0,06	0,30
2	Fett aus Schokolade (Felsche)	0,12	0,40
3	„ „ „ (Stollwerk)	0,05	0,60

Es scheint also die A-Zahl von reinem Kakaofett den Wert von 0,2 nicht zu überschreiten und im Mittel bei ca. 0,1 zu liegen. Bestätigt sich dieser Befund an weiteren Versuchen mit anderen Kakaofetten einwandfreier Herkunft, so haben wir damit eine brauchbare Kennzahl für den Cocosfettnachweis gefunden. Da reines Cocosfett die A-Zahl von 27,7 aufweist, entspricht also je 1 ccm an A-Zahl 3,6% Cocosfett. Es scheint somit möglich, in Kakaofett noch 0,4% Cocosfett mit Wahrscheinlichkeit, größere Mengen mit Sicherheit auf Grund der A-Zahl-Bestimmung nachzuweisen.

Für die Berechnung des Cocosfettgehaltes in Margarine bei Gegenwart von nur wenig Milchl fett geben Bertram, Bos und Verhagen folgende Gleichung an:

$$\text{Prozent Cocosfett} = 3,80 A - 1,13 B - 1,90.$$

Man wird einen ähnlichen Ausdruck auch zur Berechnung des Cocosfettgehaltes von Kakaobutter verwenden.

²⁾ Ztschr. f. Unters. d. Nahr.- u. Genußm. (noch im Druck).

den können, wenn man entsprechend der niedrigeren A-Zahl von Kakaobutter selbst (0,1) die Zahlen der Gleichung entsprechend erniedrigt. Darüber sollen jedoch noch besondere Versuche angestellt werden.

In diesem Ausdruck liegt bereits, daß Milchl fett ebenfalls eine Erhöhung der A-Zahl, wenn auch in weit geringerem Maße als Cocosfett bedingt. So liegt die A-Zahl von reinem Milchl fett nach Bertram, Bos und Verhagen etwa zwischen 5,6–7,0.

Soll der Gehalt an Milchl fett in Kakaofett genau ermittelt werden, so gibt die B-Zahl den Ausschlag, die für Milchl fett im Mittel 33,4, für Cocosfett nur 2,45–2,75 beträgt. Für die genauere Berechnung sei auf die Originalarbeit von Bertram, Bos und Verhagen (l. c.) verwiesen.

Bei der praktischen Ausführung der A-Zahl- und B-Zahl-Bestimmung ergab sich bei Kakaofett in einigen Fällen die Schwierigkeit, daß bei der Filtration von dem Magnesiumsulfatniederschlag nicht genügend Filtrat erhalten wurde, um in je 200 ccm die A-Zahl und B-Zahl bestimmen zu können. Wir haben dieser Schwierigkeit zuerst dadurch zu begegnen versucht, daß wir statt bei 80° bei höherer Temperatur, nämlich bei 90°, die Fällung vornahmen. Es zeigte sich hierbei aber, daß dann erhebliche Verluste an löslichen Magnesiumseifen eintraten, so daß die A-Zahlen zu niedrig ausfielen. Besser verfährt man in den Fällen, wenn zu wenig Filtrat erhalten wird, daß man in 200 ccm des Filtrates gemäß Vorschrift die wichtigste Zahl, also im vorliegenden Falle die A-Zahl bestimmt, den Rest des Filtrates genau abmißt, dann auf 200 ccm ergänzt, darin die B-Zahl ermittelt und dann schließlich auf 200 ccm Filtrat umrechnet. Wenn genügend Fett zur Verfügung steht, kann man auch so verfahren, daß man von einer größeren Fettmenge, etwa 30 g, ausgeht und den Zusatz der Reagenzien entsprechend erhöht.

Die ursprüngliche Arbeitsvorschrift von Bertram, Bos und Verhagen haben wir etwas abgeändert, wodurch zwar die wesentlichen Teile des Originalverfahrens nicht beeinflusst, die Ausführung im einzelnen aber erleichtert wird. Einige dieser Vereinfachungen rühren von den genannten Verfassern selbst her; so teilte Bertram in einem Schreiben vom 1. Juli 1925 dem einen von uns (G.) mit, daß es genüge, die Magnesiumsulfatlösung statt tropfenweise unter kräftigem Schütteln bei 80° in einem Guß einlaufen zu lassen und die Temperatur zehn Minuten statt eine Stunde auf 80° zu halten. Ferner ist es nach Bertram ausreichend, die Fällungen der Magnesium- und Silberseifen nur fünf Minuten bei 20° stehen zu lassen.

Unsere Arbeitsvorschrift lautet nunmehr wie folgt:

Auf einer Trierwage ermittelt man zunächst das Gewicht eines Rundkolbens aus Jenaer Glas von etwa 700 ccm Inhalt. Dann wägt man genau 20 g Fett und 30 g Glycerin hinein, fügt 8 ccm Kalilauge (75 g KOH in 100 ccm) hinzu und verseift über freier Flamme, bis die Flüssigkeit völlig wasserklar geworden ist. Darauf läßt man etwas abkühlen und verdünnt sodann mit warmem Wasser, bis der Inhalt des Kolbens 409 g beträgt. Alsdann erhitzt man auf 80° und läßt unter kräftigem Umschütteln 103 ccm Magnesiumsulfatlösung (150 g $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ im l) von 80° einfließen und hält das Gemisch unter weiterem Umschütteln und Verschuß mit Glasbirne 10 Minuten auf 80°. Darauf kühlt man unter kräftigem Schütteln auf 20° ab und läßt 5 Minuten bei 20° stehen. Alsdann filtriert man durch ein Faltenfilter.

Ein Leerversuch wird in genau gleicher Weise ohne Fett ausgeführt.

I. Bestimmung der A-Zahl.

200 ccm des Filtrates werden in einem mit 20 g Natriumnitrat beschickten 250 ccm-Kolben mit einem Tropfen Phenol-

phthaleinlösung versetzt und nötigenfalls bis zur Entfärbung mit $\frac{1}{2}$ n-Schwefelsäure neutralisiert. Darauf werden nach Lösung des Salzes bei 20° genau 25 ccm $\frac{1}{5}$ n-Silbernitratlösung unter Umschütteln zugesetzt, mit Wasser bis zur Marke aufgefüllt, 5 Minuten kräftig durchgeschüttelt und 5 Minuten in Wasser von 20° aufbewahrt. Alsdann wird filtriert; zu 200 ccm Filtrat werden 6 ccm kaltgesättigte Eisenaunlösung und 6 ccm 30%ige Salpetersäure zugesetzt und der Silberüberschuß mit $\frac{1}{10}$ n-Rhodan ammoniumlösung zurücktitriert. Das Ergebnis wird von der Vorlage (Leerversuch) abgezogen. Der Restbetrag ist die — A-Zahl.

II. Bestimmung der B-Zahl.

200 ccm des Filtrates von den unlöslichen Magnesiumseifen

werden in einem 250 ccm-Kolben mit einem Tropfen Phenolphthaleinlösung und soviel $\frac{1}{2}$ n-Schwefelsäure versetzt, bis die Rotfärbung völlig verschwunden ist, dann durch Zusatz von Wasser auf 250 ccm gebracht, auf 20° gehalten und mit 2 g Silbersulfat in kleinen Anteilen versetzt, wobei kräftig umgeschüttelt wird. Der Kolben wird alsdann verschlossen, 5 Minuten kräftig geschüttelt und 5 Minuten in einem Wasserbade von 20° stehen gelassen. Darauf wird filtriert. 200 ccm des Filtrates gibt man in einen 500 ccm-Rundkolben, setzt einige Körnchen Bimsstein und 50 ccm verdünnte Schwefelsäure (13 ccm H_2SO_4 in 500 ccm) zu und destilliert genau 200 ccm ab. Diese titriert man mit $\frac{1}{10}$ n-Natronlauge und zieht von dem Ergebnis den Betrag des Leerversuches ab. Der Rest ist die — B-Zahl. [A. 159.]

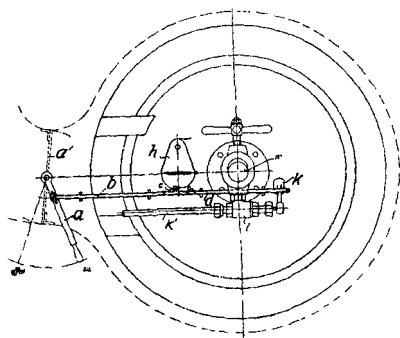
Patentberichte über chemisch-technische Apparate.

I. Wärme- und Kraftwirtschaft.

4. Öfen, Feuerung, Heizung.

Maria Babette Kauffmann, geb. Schneider, Maria Kauffmann, Elisabeth Kauffmann und Ernst Kauffmann, Magdeburg. **Drehrohrofen zum Abrösten von Erz u. dgl.,** dad. gek., daß die gesamte, in bekannter Weise auf mehreren Stellen verteilt eingeführte Luftmenge im Gleichstrom mit dem Röstgut den Ofen durchfließt, während die zur Entzündung des eintretenden kalten Erzes erforderliche Wärmemenge der überschüssigen Reaktionswärme entnommen und im Gegenstrom zum eintretenden Röstgut aus der Reaktionszone in die Entzündungszone durch ein zwischen beiden Zonen liegendes und aus möglichst gut leitenden Stoffen hergestelltes inneres Ofenwandfutter geleitet wird. — Wo es darauf ankommt, die gesamte Reaktionswärme im Ofen selbst zu verwerten, namentlich um die Abkühlungsverluste zu decken, kann die Wärmeverteilung dadurch verbessert werden, daß zur Entzündung des kalten Erzes nicht die Strahlungswärme des Gases, sondern die Leitungswärme der inneren Ofenwandung benutzt wird. Zeichn. (D. R. P. 406 163, Kl. 40 a, Gr. 5, vom 5. 9. 1922, ausg. 2. 10. 1925.) dn.

Paul Müller, Hamburg. **Verriegelungsvorrichtung für Ölfeuerungen,** 1. dad. gek., daß an dem Luftklappenhebel (a) eine Stange (b) angelenkt ist, welche bei der Verschlussstellung der Luftklappe (a') die Zündklappe (h) und eine besondere Stange (d) sperrt, welche in ihrer Sperrstellung die Öffnung der Ölzuführung (l) hindert und die zusammen mit der Luftklappe (a')

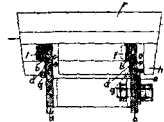


in der Betriebsstellung durch den Handhebel (k) der Ölzuführung (l) verblockt wird. — 2. dad. gek., daß die in Wechselwirkung mit der Ölzuführung stehende Stange (d) mit einem nur einseitig beweglichen, unter Federwirkung stehenden Anschlag ausgestattet ist, welcher bei Bewegung der Stange (d) zur Freigabe des Handhebels (k) der Ölzuführung (l) die Öffnung der Zündklappe (h) bewirkt, den Rückgang der Stange (d) zwecks Wiedersperrung der Ölzuführung (l) bei geschlossener Zündklappe (h) infolge seiner einseitigen Nachgiebigkeit aber ermöglicht. — Das Anzünden von Ölfeuerungen erfordert besondere Aufmerksamkeit der Bedienungsmannschaft. Um schwere Ölgasexplosionen zu vermeiden, muß insbesondere bei künstlichem Zug, zuerst die Verbindung zwischen Feuerraum und Frischluft hergestellt sein, ehe die Zündflamme eingeführt und das Ölzufußventil geöffnet wird. Aus dem gleichen Grunde muß beim Absetzen einer Feuerung umgekehrt verfahren werden; es ist zuerst das Ölzufußventil zu schließen, damit die Flamme erlischt, und dann erst darf der Verbrennungsluftstrom unterbrochen werden. Durch die Erfindung soll eine solche gegenseitige Verblockung von Luftregelung und Öl-

zuflußventil erreicht werden, daß ihre Bedienung nur in der oben geschilderten Reihenfolge möglich ist, daß also folgen-schwere Bedienungsfehler völlig ausgeschlossen werden. (D. R. P. 419 484, Kl. 24 b, Gr. 1, vom 20. 4. 1924, ausg. 20. 10. 1925.) dn.

Dr.-Ing. Heinrich Koppers, Essen (Ruhr). **Regenerative Beheizung von senkrechten Koks- und Gasöfen** mit senkrechten Heizzügen, 1. gek. durch die Anordnung zweier in derselben Heizwand übereinanderliegender Heizzugsysteme, die gegenläufig zusammen arbeiten. — 2. dad. gek., daß die beiden gegenläufig zusammen arbeitenden Heizzugsysteme derart mit den zugehörigen drei Regeneratoren — Regeneratorpaaren — verbunden sind, daß ein Regenerator — Regeneratorpaar — direkt mit dem mittleren Verteilkanal in Verbindung steht, während je einer der beiden andern unter Zwischenschaltung eines Umföhrungskanales an den dem Austrittsende des mittleren Verteilkanals diagonal in der Heizwand gegenüberliegenden Ecken an die Heizzüge angeschlossen ist. — Durch diese Art der Beheizung wird eine gute gleichmäßige Verteilung der Wärme erreicht. Zeichn. (D. R. P. 417 813, Kl. 10 a, Gr. 1, vom 31. 1. 1924, ausg. 3. 11. 1925.) dn.

Heinrich Racke, Gelsenkirchen. **Wanderrost,** bei welchem die auf Querträgerpaaren gelagerten Roststäbe und die Querträger mit Vorsprüngen ineinandergreifen und die Roststäbe durch ein Riegelglied in ihrer Lage gesichert werden, 1. dad. gek., daß der Riegel in Gestalt eines Schiebers (e) auf der Außenseite der Querträgerpaare angebracht ist. — 2. dad. gek., daß die Roststäbe haltenden vorspringenden Leisten (b) der Querträger (a) mit Ansätzen (f) versehen sind, welche die Roststäbe im Spaltabstand voneinander halten. — 3. dad. gek., daß die Querträger (a) unterhalb der Ansätze (f) mit Ansätzen (g) versehen sind, welche zusammen mit den ersteren die Roststäbe gegen Kippen sichern. — 4. dad. gek., daß die Roststäbe zur Wärmeableitung mit einem fingerartigen Fortsatz (h) versehen sind, gegen welchen sich der Riegel (e) legt. — Da die Riegel an der Außenseite des Rostes angebracht sind, lassen sie sich ohne Schwierigkeit lösen; ferner sind die Roststäbe haltenden vorspringenden Leisten der Träger mit den Spaltabstand der Stäbe voneinander begrenzenden Vorsprüngen versehen, was außer dem Fortfall von Abstandnocken an den Stäben den Vorteil bietet, daß die Stäbe einzeln in ihren Trägern befestigt sind, so daß sie einerseits sich nicht klemmen und andererseits nicht zu locker sitzen und sich schräg stellen können. Zeichn. (D. R. P. 419 596, Kl. 24 f, Gr. 15, vom 29. 8. 1924, ausg. 15. 10. 1925.) dn.



Corning Glass Works, Corning (V. St. A.). **Glassschmelzöfen** mit hohler, am Orte fester Brücke aus feuerfester Masse, 1. dad. gek., daß die Brücke aus hohlen, an den Stirnflächen ineinandergreifenden Abschnitten besteht, welche durch einen an den Enden unterstützten einheitlichen Körper aus steiferem Stoffe, besonders Metall, getragen und zusammengehalten werden. — 2. dad. gek., daß die Enden der Versteifung nicht starr, sondern gegen Längsverschiebung federnd nachgiebig mit der Ofenwand