

Seigerungen können u. U. so ungünstig auftreten, daß sie bei der Weiterverarbeitung noch stören.

Wird bei der Spektralanalyse ein Probestab als Elektrode verwendet, so treten die Fehler durch Seigerungerscheinungen so stark hervor, daß die Bemusterung unzureichend wird. Die Lösungsspektralanalyse vermeidet solche Fehler.

Legierungsabfälle werden vor der Probenahme, soweit als praktisch möglich, sortiert. Schrottstücke mit schädlichen Bestandteilen werden herausgenommen. Der geübte Probenehmer bedient sich dabei sehr einfacher Hilfen, etwa des verschiedenartigen Aussehens oder des Verarbeitungszustandes.

H. KARRENBERG, Krefeld: *Methoden der Probenahme in der Lagerstätte und ihre Genauigkeit.*

Zwischen der Probenahme aus einer Lagerstätte und aus bereits abgebautem Erz bestehen grundsätzliche Unterschiede. Die Form, Erzverteilung und Erzstruktur beeinflussen weitgehend das zu wählende Probenahmeverfahren sowie die Probendichte; darüber hinaus ist es wichtig, auf die Besonderheiten der Lagerstätte Rücksicht zu nehmen. Eine montangeologische Untersuchung der Lagerstätte, mit der die Probenahme Hand in Hand gehen soll, wird eine Abwandlung in dieser oder jener Hinsicht ratsam erscheinen lassen. Die montangeologische Voruntersuchung kann u. U. die Probenahme wesentlich vereinfachen und verbilligen, weil große Teile der Lagerstätte von der Bemusterung ausgeschlossen werden können.

Um zu genauen Untersuchungsergebnissen zu kommen, müssen nicht nur die Fehlergrenzen der angewandten Probenahmeverfahren bekannt sein, sondern die Genauigkeit der Berechnung des Erzgehaltes der gesamten Lagerstätte oder von Teilen derselben. Die Fehlergrenzen der einzelnen Methoden kann man durch systematische Vergleichsuntersuchungen ermitteln. Die Gesamtberechnung darf nicht als eine rein technische Angelegenheit aufgefaßt werden, sondern bedarf des Urteils des lagerstättenkundlich geschulten Geologen. Darin wird in besonderem Maße der Unterschied deutlich gegenüber der Probenahme an bereits auf Halde liegendem Erz.

J. de WIJS, Delft: *Statistische Methoden im Dienste der Probenahme von Lagerstätten nutzbarer Mineralien.*

Bei der systematischen Probenahme im festen Erz, bei der in regelmäßigen Abständen Proben gezogen werden, bekommt man eine Reihe von Gehalten, die meistens eine gegenseitige Abhängigkeit zeigen. Die statistische Auswertung ist grundverschieden von der bei bereits gefördertem Erz oder Mischgut. Die Darstellung im sog. Histogramm zeigt eine charakteristische, eingipflige, asymmetrische Verteilung, die ihr Maximum unter dem Durchschnittswert hat. Im Gegensatz zur Gaußschen Normalverteilung steigt die Häufigkeit steil vom Nullwert zum Maximum, fällt dann zunächst langsam ab und nähert sich der Abszisse asymptotisch. Die theoretische Verteilung ist eine binomische und näherungsweise eine logarithmische Normalverteilung. Es werden Maßzahlen der theoretischen Verteilung gegeben und die Richtigkeit der vertretenen Theorien an Beispielen aus der Praxis belegt.

C. ABRAMSKI, Essen: *Probenahme im Steinkohlenflöz.*

Die Bemusterung des Kohlenflözes dient der Ermittlung der geologischen Ablagerungsverhältnisse des Flözes und der Beschaffenheit der Flözkohlen. In Verbindung mit der mengenmäßigen Erfassung der jeweiligen Vorräte und unter Berücksichtigung wirtschaftlicher Faktoren bieten diese Untersuchungen die Möglichkeit, die Bauwürdigkeit der einzelnen Flöze zu beurteilen und die Flözkohlen der geeigneten Verwendung zuzuführen.

Zur Ermittlung der rohstoffmäßigen Beschaffenheit der Flöze werden makropetrographische Flözschnitte, Schlitz- und Säulenproben und Block- oder Förderwagenproben genommen. Die Zusammenfassung und Auswertung sämtlicher geologischen, rohstoffkundlichen, bergtechnischen und -wirtschaftlichen Untersuchungen soll in einem Flözarchiv geschehen. Von der DKBL festgelegte „Richtlinien und Vorschläge zur Anlegung des Flözarchivs für den Steinkohlenbergbau“ werden demnächst in Buchform im Verlag Glückauf, Essen, erscheinen.

H. KOLBE, Salzgitter: *Probenahme in Eisenerz-Lagerstätten.*

Die Probenahme in der Lagerstätte richtet sich nach dem Verfahren bzw. nach dem Gerät der bergmännischen Aufschlußarbeiten. Bei Aufschlußbohrungen mittels Kernrohr gestaltet sich die Probenahme verhältnismäßig einfach. Eine Genauigkeit von 0,2–0,3% Fe wird erwartet. In Untersuchungsquerschlägen und -gesenken wird eine Kerbschlitzprobe nach vorherigem Glätten entnommen (0,5–0,8 kg Material pro laufenden Meter). Die Bemusterung des Staubes aus staubabsaugenden Bohrgeräten ist naturgemäß begrenzt und bei nassem Gebirge überhaupt nicht anwendbar.

In der Förderung und Verladeanlage ist die Probenahme aus dem Förderwagen unbeliebt, weil sie ungenaue Ergebnisse liefert. Vom Verladeband entnimmt man von einer Probekanzel aus von Hand oder halbmechanisch mittels eines fahrbaren Bechers von 20–27 l Inhalt am Bandabwurf oder eines eingeklappten Doppelschwertes bei anhaltendem Band. Von Hand wird die Probe an den Löffelbaggern entnommen (jeder 5. Löffel), sowie an den Ladestellen, wobei jedoch auf gut vorgemischtes Haufwerk zu achten ist.

G. GUNZERT, Wiesbaden: *Probenahme im Kupferschiefer und die Auswertung der Analysenergebnisse für die Praxis.*

Die keinesfalls einheitliche Erzführung im Kupferschiefer, speziell in Sontra, verlangt eine laufende Überwachung speziell der Kupfer-Gehalte, und zwar in allen Phasen des Betriebsablaufes, beginnend bei der Ausrichtung und endigend mit der Überwachung, die die Erzverarbeitung fordert.

Der Kupfer-Gehalt ist nicht an das schmale und eindeutig begrenzte Kupferschieferflöz gebunden, sondern greift unregelmäßig in das Liegende und Hangende über. Drei Arten von Erz sind zu unterscheiden: das Sanderz, — vererzter Sandstein, das Schiefererz — vererzter Kupferschiefer — und das Kalkerz — vorerzter Zechsteinkalk. Außer der unterschiedlichen chemischen Zusammensetzung und dem Erzmineralbestand besitzen diese Erzarten ein voneinander abweichendes Gefüge. Die in der chemischen Zusammensetzung so verschiedenen Erze gehen zwangsläufig einen verschiedenen Weg der Verarbeitung. Die Schiefererze und unter gewissen Umständen auch die Kalkerze werden in einem Mansfelder Kupferofen niedergeschmolzen, das kieslige Sanderz gelangt zur Flotation. Das erfordert eine strenge Trennung in der Anlieferung und bei der Probenahme. Die rechnerische und grafische Behandlung der erzielten Analysenergebnisse ist mit als ein Teil der Probenahme anzusehen. Sie dient dazu, die Mängel und Zufälligkeiten der Probenahmeverfahren auszugleichen, und hat darüber hinaus den Zweck, Ergebnisse zu liefern, wie sie vom praktischen Betrieb gefordert werden.

H. FRITZSCHE, Düren: *Die Bemusterung der Blei-Zink-Erzlagerstätte Maubacher Bleiberg durch überläufige und unterläufige Bohrungen.*

Der Maubacher Bleiberg, eine Blei-Zink-Erzlagerstätte in der Nähe von Düren in der Eifel, hat in seinem Hauptverbreitungsgebiet eine Mächtigkeit von 20 m und ist von 35–70 m oberen Buntsandstein überdeckt. 1947 wurde mit den Untersuchungen über den Metallinhalt dieses Lagers begonnen. Nachdem Bohrungen mit drehenden Werkzeugen von der Oberfläche her wenig Erfolg hatten, wurde die Lagerstätte 1950/52 einer gründlichen bergmännischen Durchforschung unterzogen. Die dabei geförderten Erze wurden täglich in der Aufbereitung getrennt durchgesetzt und bemustert, so daß sich eine zuverlässige Darstellung vom durchschnittlichen Metallgehalt der durchfahrenen Lagerteile ergab. Das Streckennetz wurde als Basis für Bemusterungsbohrungen benutzt. Die Untersuchungen von der Oberfläche aus wurden später mittels Trockenbohrern am Seil wieder aufgenommen.

Die sehr eingehende Bemusterung hat ergeben, daß im Haupterzkörper die Vererzung in der Vertikalen stark, in der Horizontalen nur allmählich wechselt. Im großen betrachtet, ist der Metallgehalt als regelmäßig anzusprechen. Die gewonnenen Erkenntnisse sind für eine Nutzbarmachung von großer Bedeutung.

R.-E. F. [VB 469]

GDCh-Fachgruppe Lebensmittelchemie

Arbeitskreis Nordrhein-Westfalen

Gelsenkirchen, am 17. April 1958

M. SACHSSE, Münster i.W.: *Kontrolle von Schokoladenbetrieben.*

Gegen Insektenbefall helfen Kontaktinsektizide. Durchgasungen sind kostspielig, weil der Betrieb stillgelegt werden muß. Mit neuen Rohstoffen werden überdies bald wieder neue Schädlinge eingeschleppt. Die Nagerbekämpfung ist noch nicht befriedigend gelöst. Zu warnen ist vor Barium- und Thallium-Präparaten. — Bei der chemischen Kontrolle ist vor allem Fett- und Zuckergehalt zu bestimmen. Empfehlenswert ist die Bestimmung der Viscosität; es besteht Bedarf nach einem bequem handhabbaren Viscosimeter.

Aussprache:

Strohecker, Gelsenkirchen: Die Überwachung des Schalengehaltes und die Prüfung auf Fremdkörper gehört zur Betriebskontrolle. — *Wirth*: In Pralinenpackungen und verpackter Schokolade, bis zu 5 Tafeln übereinander, können Fremdkörper durch Röntgengeräte am Fließband erkannt werden. Kakaoschalen werden am besten in einer vor der Walzenaufgabe entnommenen Probe Kakaoschrot durch Auslesen bestimmt. — *Fincke*, Köln: 2,5% Kakaoschalen sind technisch unvermeidbar. Die Rohfaserbestimmung versagt bei geringen bis mittleren Schalenbeigaben, weil der Rohfasergehalt von Kakaokern und Kakaoschalen nur wenig verschieden ist.

Im Weizenkorn sind die Zellen des Mehlkörpers von einem wabenartigen Eiweißgerüst erfüllt, in das die Stärkekörner eingelagert sind. Nach dem Vermahlen zeigen sich im Mehl neben ganzen und vermahlenden Zellen auch isolierte Stärkekörner verschiedener Größe, teils noch von „Haftprotein“ umgeben, teils auch isoliert auftretendes „Zwickelprotein“. Bei der Teigbereitung quellen die Stärkekörner um etwa 30 %. Das Protein quillt ebenfalls und geht durch das Kneten in Fadenform über; bes. Weizeneiweiß bildet „Kleberfäden“. Roggen- und Gerstenmehl ergeben „kurze“ Teige. Beim Backen wird das gequollene Eiweiß durch Gase (H_2O , Triebmittel) aufgetrieben. Bei ausreichendem Wassersatz verkleistert die Stärke. Fluoreszenzmikroskopisch ergibt sich, daß der Kleber in Weizengebäcken ein fadenförmiges Netzwerk bildet. Diastatischer Stärkeabbau nach Verschaffelt liefert ein poröses Klebergerüst, das dem ursprünglichen Gebäck sehr ähnlich ist. Umkehrung des Versuches — Abbau des Eiweißes mit Pepsin-HCl — ergab ein entspr. Stärkegerüst. Auch Roggen- und Gerstengebäcke lieferten derart ein Stärkegerüst, zu erkennen war. Nach diastatischem Stärkeabbau hinterblieb der Kleber als unzusammenhängende Masse. Es wird so verständlich, warum Gebäcke mit unverkleisterter Stärke (Kekse u. a.) nur aus Weizengrundmehl, nicht aber aus Roggen- oder Gerstenmehl hergestellt werden können.

H. FINCKE, Köln: *Aus der Geschichte der Süßwaren.*

Das Wort „Praline“ stammt aus dem Französischen und bezeichnete eine besondere Form von gebrannten Mandeln. Die gebrannten Mandeln wurden im Zeitalter der Kreuzzüge vom Orient her in Italien bekannt, von wo sie bald nach Frankreich gelangten. Ein in Diensten von César de Choiseul stehender Konditor namens Lassagne soll sie erstmals mit einer Schicht von Veilchenblüten-, Rosenblätter- oder Orangenschalenzucker überzogen und dieses Konfekt nach seinem Herrn, der 1655 Herzog von Praslin wurde, benannt haben. Schokolade war nach ihrer damaligen Beschaffenheit zur Herstellung von Überzügen ungeeignet. Auch später sind Pralinen in Frankreich nie Schokoladewaren gewesen und das unseren Pralinen entsprechende Konfekt heißt dort heute noch Schokoladebonbons. Erst gegen Ende des 19. Jahrh. wurde bei uns das Wort Praline unter Bedeutungswechsel auf Schokoladebonbons übertragen. Pralinen sind daher in Deutschland stets Schokoladeerzeugnisse gewesen, und es ist ganz abwegig, den nicht ganz klar gefaßten § 4 der Kakaoerordnung vom 15. 7. 1933 so weitgehend auszulegen, daß Pralinen auch aus Schokoladenersatz hergestellt sein dürften.

Liköre haben ihren Ursprung in Italien, wo sie etwa im 12. Jahrh. zuerst hergestellt und je nach den Ingredienzien als „Ratafias“ (Fruchtsaftliköre) oder „Rosoglios“ (Gewürzliköre) bezeichnet wurden. Das französische Wort „Liqueur“ ging im 18. Jahrhundert, als hier der Genuss gesüßter Branntweine zunahm, in den deutschen Sprachgebrauch über, in dem es die Schreibweise „Likör“ annahm. Alkoholfreie Getränke sind vor dem 20. Jahrh. niemals als Liköre bezeichnet worden. Lediglich im unkritischen Süßwarenschrifttum des 20. Jahrh. findet man vereinzelt für Süßwaren Likörfüllungen ohne Alkohol. Likörzuckerwaren kamen schon Anfang des 19. Jahrh. in Form kleiner flaschenförmiger Hohlkörper aus Tragantzuckermasse oder aus geblasenem Zucker heraus. Im 19. Jahrh. lernte man, diese Erzeugnisse mit Schokolade zu überziehen. Für alle Likörzuckerwaren ist die Verwendung

von Likör wenigstens in dem Umfang erforderlich, daß ein deutliches Liköraroma vorhanden ist, doch braucht die Füllung nicht ausschließlich aus Likör zu bestehen und muß deshalb nicht den Likören entsprechenden vollen Alkoholgehalt haben.

Fr. MATT, Gelsenkirchen: *Über die Bestimmung der Ascorbinsäure.*

Die oxydative Bestimmung der Ascorbinsäure wird durch zahlreiche Begleitstoffe gestört, vor allem durch Cystein und Glutathion aus Eiweiß, durch Redukton und Reduktinsäure aus Kohlenhydraten, durch Eisen(II)-, Zinn(II)-salze und SO_2 aus Konserven. Im Papyrogramm mit Butanol-Eisessig-Wasser (4:1:5) lassen sich diese Stoffe nach 5–6 h Laufzeit trennen. Oxydation der Ascorbinsäure durch Schwermetallkatalyse kann durch Zufügung von KCN verhindert werden. Durch Besprühen mit Molybdän-Lösung wird Ascorbinsäure als blauer Fleck sichtbar. Empfindlichkeit 1–2 γ. Tannin, Quercetin, Rutin und Kojisäure lassen sich ebenfalls papierchromatographisch trennen und geben außerdem mit der Mo-Lösung einen gelben Fleck. Quantitative Versuche an reiner Ascorbinsäure, Citronensaft, Orangensaft, Grünkohl und Trockengrünkohl, der reichlich störende Begleitstoffe enthält, zeigten gute Ergebnisse. Die Lage der Ascorbinsäure im Papyrogramm ergab sich aus einem Vergleichsfleck einer mitgelaufenen reinen Lösung (10 γ). Die zu bestimmende Ascorbinsäure wurde mit schwacher Oxalsäure-Lösung ausgewaschen und mit 2,6-Dichlorphenolindophenol titriert. Eine kolorimetrische Methode mit Molybdän-Lösung wird in Kürze veröffentlicht werden.

A. FINCKE, Köln: *Über papierchromatische Untersuchungen an Zuckerwaren*

H. FINCKE und A. FINCKE, Köln: *Fehlermöglichkeiten infolge Anwendung der Zollinversion bei der Untersuchung Saccharose-haltiger Lebensmittel* (vorgetr. von H. Fincke).

Zucker können im Papyrogramm getrennt und durch ihr Verhalten gegen p-Dimethylaminoanilin-Zinn(II)-chlorid (in alkoholischer Lösung angesprüh¹⁾) klassifiziert werden. Ketosen reagieren dabei mit roter, Aldosen mit brauner Farbe. In Maltose (Reinheit nach Erg. B VI) konnten papierchromatographisch Dextrose und Dextrin festgestellt werden. Eine Diabeterschokolade enthielt neben Lactose noch Xylose. Da die üblichen Analysenvorschriften nicht auf die Anwesenheit von Xylose zugeschnitten sind, können Fehldeutungen unterlaufen. An karamellisiertem Zucker konnte festgestellt werden, daß durch eine bei der Säurehydrolyse (Zollinversion) ablaufende Spaltung rechtsdrehender Umwandlungsprodukte der Saccharose zu hoher Saccharose-Gehalte (38 %) gefunden werden können. Bei enzymatischer Hydrolyse mit Invertase wurden diese Umwandlungsprodukte nicht gespalten, und man erhielt den richtigen Saccharosewert (20 %). Bei der Untersuchung von Zuckerwaren, die stark erhitzt sind, oder von Kunsthonig, bei dessen Herstellung Reversionsvorgänge eintreten, wird man das Zollinversionsverfahren im allgem. zu vermeiden haben.

Andere Süßwarenbestandteile, wie Fruchtsäuren, Glycerin, Sorbit, können ebenfalls papierchromatographisch erfaßt werden. Die Säuren werden mit Bromphenolblau, die Polyalkohole mit Bleitetraacetat in Benzol sichtbar gemacht. Von Mannit läßt sich Sorbit, der als Frischhaltemittel verwendet wird, im zweidimensionalen Chromatogramm trennen.

St. [VB 473]

¹⁾ Schneider u. Erlemann, Zucker, Beihete Sept. 1951.

Rundschau

Die Darstellung neuer Neptunium-Verbindungen, Np-Carbid, Np-Silicid, Np-Nitrid und Np-Phosphid, beschreiben I. Sheft und S. Fried. Die Identifizierung gelang in jedem Falle durch Analyse der Röntgendiagramme. Die Darstellung des Np-Dicarbids geschah durch Erhitzen von Np-Oxyd auf 2660–2800 °C im Graphitiegel. NpC₂ erwies sich als isomorph mit der entspr. Uranverbindung. Durch Umsetzung von NpF₃ mit Li auf 1200 °C im Graphitiegel entstand eine Mischung von Np-Sesquicarbid, Np₂C₃, und Np-Carbid, NpC(5:1). Np-Disilicid, NpSi₂, isomorph mit den analogen Th- und U-Verbindungen, wurde durch Umsetzung von NpF₃ mit Silicium bei 1500 °C, wahrscheinlich nach $4 NpF_3 + 11 Si = 4 NpSi_2 + 3 SiF_4$, synthetisiert. Es bildet ein hartes, metallisch ausschendes Material. Np-Nitrid, NpN, entstand bei der Reaktion von NpH₃, erhalten durch Überleiten von H₂ über metallisches Np bei 100–150 °C, mit trockenem NH₃ bei 750–775 °C in Form eines schwarzen Pulvers, das mit UN und PuN isomorph ist. Np-Phosphid, Np₃P₄, isomorph mit Th₃P₄,

wurde bei 16 stündigem Erhitzen von Np-Metall mit überschüssigem rotem Phosphor auf 750 °C im Vakuum erhalten. Während es gegen Wasser stabil ist, zersetzt 6n HCl wahrscheinlich nach $Np_3P_4 + 12 HCl = 3 NpCl_4 + 4 PH_3$. (J. Amer. Chem. Soc. 75, 1236 [1953]). — Ma.

(914)

Eine Untersuchung der Permanganat-Manganat- und Mangano-Mangano-Stufe bei der KMnO₄-Oxydation organischer Verbindungen führten A. Y. Drummond und W. A. Waters aus. Es wurde das Verhalten verschiedener organischer Gruppen gegenüber einzelnen Valenzänderungen des Mn im Verlauf der Gesamtreduktion $MnO_4^- + 8 H^+ + 5e \rightarrow Mn^{2+} + 4 H_2O$ geprüft. Die 1. Stufe: $MnO_4^- \rightarrow MnO_4^{2-}$ der alkalischen Permanganat-Oxydation erfaßt außer Äther, gesättigten Carbonsäuren, einschl. Oxalsäure und Brenztraubensäure, sowie tert. einwertigen Alkoholen alle Klassen organischer Verbindungen. Aldehyde und Ketone erleiden, wahrscheinlich durch Einwirkung auf Enolstrukturen, stufen-