Kirsch- und Pflaumenkernöle, die fabrikmäßig aus Kirsch- und Pflaumensteinen nach dem von mir angegebenen Verfahren gewonnen worden sind, enthalten geringe Mengen Benzaldehyd und Benzoesäure (0,006—0,047 ‰, als Benzoesäure berechnet) und Spuren Blausäure (bis 6,5 mg in 100 g). Diese Bestandteile tun der Verwertung der Öle als Speiseöl keinen Abbruch. Der fremdartige Bittermandelgeschmack verliert sich bei der Aufbewahrung der Öle und kann durch Wasserdampf entfernt werden.

Die Kennzahlen der Öle waren folgende:

Kirschöl: 1. Spezifisches Gewicht 0,9218—0,9272, Mittel 0,9247. 2. Refraktometerzahl bei 25°: 74,7—77,3, Mittel 75,7. 3. Verseifungszahl: 192,1—197,8, Mittel 194,5. 4. Jodzahl nach v. Hübl: 111,6—122,6, Mittel 118,6.

Pflaumenkernöl: 1. Spezifisches Gewicht: 0,9193—0,9213, Mittel 0,9202. 2. Refraktometerzahl: 65,1—66,7, Mittel 65,9. 3. Verseifungszahl: 188,1—198,5, Mittel 194,4. 4. Jodzahl: 103,6—121,1.

Die Refraktometerzahl der mit Äther extrahierten Öle aus gleichartigen Kernen bewegte sich bei den Pflaumen- und Zwetschensorten zwischen 63,5 und 67,2 und betrug im Mittel 65,1, bei den Kirschen 75,2 und 81,6, im Mittel 77,5, bei den Pfirsichen 63,3 und 66,0, im Mittel 65,3, bei den Aprikosen 63,7 und 65,6, im Mittel 64,6. Den Ölkernen beigemengte Schalenteile geben beim Pressen an das Öl lösliche Stoffe ab, die den Säuregrad des Öles erhöhen und die Güte beeinträchtigen. Völlig schalenfreie Kerne geben feines, dem Mandelöl ähnliches Öl.

Die Preßkuchen von der Kirsch- und Pflaumenölgewinnung enthielten 22,81 bis 32,68 ‰ Rohprotein neben 9,16—21,29 ‰ Fett; sie stellen ein wertvolles Beifutter für Schweine dar. Von den Steinschalen völlig befreit und durch geeignete Behandlung mit Wasserdampf möglichst entbittert, können die Samen sowohl wie die Preßkuchen zu Back- und Konditorwaren Verwendung finden.

Bestimmung des Äthylalkohols bei Gegenwart flüchtiger Stoffe, insbesondere von Aldehyd und Aceton, und die gleichzeitige Bestimmung der letzteren.

Von
Karl Hoepner.

Mitteilung aus dem Wissenschaftlichen Laboratorium der Königlichen Hauptlehranstalt für Zollbeamte in Berlin.

[Eingegangen am 27. September 1917.]

Die Mengenbestimmung des Äthylalkohols in alkoholhaltigen Erzeugnissen erfolgt fast ausschließlich und am genauesten aus der Dichte von Alkohol-Wasser-Mischungen, wobei es von geringer Bedeutung ist, ob die Dichte mittels geeigneter Spindeln, mittels der Westphal'schen Wage oder mittels des Dichtefläschchens festgestellt wird. Voraussetzung ist nur, daß das alkoholhaltige Erzeugnis, dessen Dichte auf eine der angegebenen Weisen ermittelt werden soll, lediglich aus einer Alkohol-Wasser-Mischung besteht, demnach Extraktivstoffe und flüchtige Stoffe nicht oder doch nur in unerheblicher Menge enthält. Ist diese Voraussetzung nicht erfüllt, so müssen

in jedem Falle die störenden nichtflüchtigen und flüchtigen Stoffe abgesondert und eine reine Alkohol-Wasser-Mischung hergestellt werden. Der im einzelnen einzuschlagende Weg richtet sich nach der Natur der die Dichte beeinflussenden Beimengungen. Bestehen letztere aus Extraktivstoffen, so lassen sie sich leicht durch Abtreiben vom Alkohol trennen, und die Bestimmung des Alkohols erfolgt durch Auffüllen des Abtriebes auf das ursprüngliche Maß oder Gewicht oder ein Vielfaches davon und durch Ermittlung der Dichte der so erhaltenen reinen Alkohol-Wasser-Mischung. Das gleiche Verfahren unter Zusatz von Alkali oder Mineralsäure wird angewendet, wenn es sich um die Entfernung flüchtiger Säuren oder Basen handelt. Für alle übrigen Fälle, in denen das alkoholhaltige Erzeugnis neutrale flüchtige Stoffe, insbesondere künstliche und natürliche Ester, ätherische Öle u. a. enthält, sehen die Vorschriften der Branntweinsteuer-Ausführungsbestimmungen eine Reihe vorbereitender Maßnahmen vor, welche auf die Herstellung einer von störenden Beimengungen freien, reinen Alkohol-Wasser-Mischung hinzielen.

Nach der in Anlage 2 zu § 16 Abs. 2 der Alkoholermittlungsordnung gegebenen Anleitung wird das alkoholhaltige Erzeugnis — Likör, Essenz u. a. — zur Entfernung vorhandener aromatischer Bestandteile in einer Schüttelburette, nach dem Verdünnen mit Wasser, mit Kochsalz gesättigt und die Hälfte der gesättigten Kochsalzlösung abgetrieben; nach der in Anlage 21 zu § 65 Abs. 2 der Branntweinsteuer-Befreiungsordnung gegebenen Anleitung werden die alkoholhaltigen Parfümerien, Kopf-, Zahn- und Mundwässer, deren Alkoholgehalt nicht nach Maßgabe der Alkoholermittlungsordnung festgestellt werden kann, mit Petroleumbenzin — bei Gegenwart von Harzen oder anderen Extraktivstoffen nach vorhergehendem Abtrieb — ausgeschüttelt; nach Ziffer III 88 der Anleitung für die Zollabfertigung (5. Nachtrag) endlich werden Fuselöle bei ihrer Prüfung auf einen 8 v. H. übersteigenden Alkoholgehalt mit Chlorcalciumlösung und Cumol geschüttelt und abgetrieben. In den nach diesen Vorschriften erhaltenen Alkohol-Wasser-Mischungen wird dann die Dichte auf eine der angegebenen Weisen ermittelt und der sich aus ihr ergebende Alkoholgehalt auf die angewendete Menge der Warenprobe bezogen.

Wenn auch in den meisten Fällen die amtlich vorgeschriebenen Verfahren zu brauchbaren Ergebnissen führen, so versagen sie doch bei einer nicht geringen Zahl der hierher gehörenden Erzeugnisse. Beispielsweise gelingt es nicht, in einer Rumessenz die künstlichen Ester in dem Maße vom Alkohol zu trennen, daß die Ermittlung des Alkoholgehaltes aus der Dichte ein zuverlässiges Ergebnis liefert. Was von den niederen Estern der niederen Fettsäuren — Ameisenäther, Essigäther —, welche einen wesentlichen Bestandteil der Rumessenzen bilden, gilt, trifft auch für andere flüchtige Stoffe wie Äthyläther, Chloroform, Benzol, Aldehyd, Aceton u. a. in gleicher Weise zu.

Diese Erfahrungen wie auch die dem Laboratorium gestellte Aufgabe, den Alkoholgehalt einer Alkohol-Aceton-Wasser-Mischung festzustellen, haben die Veranlassung zu diesbezüglichen Untersuchungen von Branntweingemischen verschiedenster Art gegeben und zu dem nachstehend beschriebenen Verfahren der Alkoholbestimmung und der gleichzeitigen Bestimmung von Aceton und Aldehyd geführt.

Soweit die Bestimmung des Alkoholgehaltes in Frage kommt, gründet sich das Verfahren auf die leichte Oxydierbarkeit desselben zu Essigsäure mittels Kaliumbichromats und Schwefelsäure. Das bereits von Nicloux für die Bestimmung kleiner

Alkoholmengen angegebene Verfahren hat bisher eine weitere Verbreitung nicht gefunden, weil, wie die Nachprüfungen anderer Bearbeiter ergeben haben, der vorhandene Alkohol bei zu schwacher Oxydation nur zu Aldehyd und bei zu starker Oxydation über die Essigsäure hinaus zu Kohlensäure oxydiert wird. Wenn auch die Möglichkeit ungenügender wie auch zu weit gehender Oxydation keineswegs bestritten werden soll, so können doch andererseits die Versuchsbedingungen — Konzentration, Versuchstemperatur und Einwirkungsdauer — so gewählt werden, daß die erwähnten, das ganze Verfahren sonst unhaltbar machenden Nachteile vollkommen ausgeschaltet werden, und daß das Chromsäureverfahren nicht nur zur Bestimmung geringer Mengen Alkohol, sondern auch jeder beliebigen Alkoholmenge anwendbar ist. Wie eingehende Untersuchungen bewiesen haben, werden unter bestimmten Bedingungen bei der Einwirkung von Kaliumbichromat und Schwefelsäure auf ein Gemisch von Alkohol, Aldehyd und Aceton die beiden ersteren vollständig zur Essigsäure oxydiert, während das schwerer oxydierbare Aceton unverändert bleibt.

Die Bestimmungen des Aldehyds und des Acetons beruhen auf der Umsetzung beider Stoffe mit Hydroxylaminchlorhydrat zu Aldoxim und Ketoxim unter Freiwerden von je einem Molekül Salzsäure.

Aus diesem Verhalten des Alkohols, Aldehyds und Acetons gegen Kaliumbichromat-Schwefelsäure einerseits und gegen Hydroxylaminchlorhydrat andererseits ergibt sich der folgende analytische Gang:

1. Alkohol und Aldehyd werden zu Essigsäure oxydiert; das unveränderte Aceton wird von der gebildeten Essigsäure durch Abtreiben getrennt, mittels Hydroxylaminchlorhydrat in das Ketoxim übergeführt und die freigewordene Salzsäure mit Normal-Lauge titriert:

2. Aldehyd und Aceton werden mittels Hydroxylaminchlorhydrat in das Aldoxim und das Ketoxim übergeführt, und die freigewordene Salzsäure wird mit Normal-Lauge titriert:

Aus dem Unterschiede der zu 1. und 2. verbrauchten Normal-Lauge ergibt sich der Gehalt an Aldehyd.

3. Alkohol und Aldehyd werden mit Kaliumbichromat-Schwefelsäure zu Essigsäure oxydiert, während Aceton unverändert bleibt:

Aus dem Verbrauch an Kaliumbichromat berechnet sich unter Berücksichtigung des für die Oxydation des nach 2. ermittelten Aldehyds verbrauchten Kaliumbichromats der Gehalt an Alkohol.

Ausführung der Untersuchung.

A. Allgemeine Bemerkungen.

1. Enthält das zu untersuchende Erzeugnis außer Alkohol, Aldehyd, Aceton und Wasser flüchtige Säuren oder Basen oder leicht oxydierbare Extraktivstoffe, so sind dieselben durch Abtreiben, gegebenenfalls unter Zusatz von Alkali oder Mineralsäuren, zu entfernen; ein Überschuß von Alkali ist zur Verhütung einer Verharzung des Aldehyds zu vermeiden.

2. Das zu untersuchende alkoholhaltige Erzeugnis oder der aus ihm erhaltene Abtrieb ist für die Untersuchung soweit zu verdünnen, daß 100 ccm nicht mehr als 4 g oder 5 ccm Alkohol enthalten. Beträgt z. B. die Dichte der Mischung 0,857, entsprechend 66,1 g oder 82,6 ccm Alkohol in 100 ccm, so sind zweckmäßig 25 ccm der Mischung zu 500 ccm zu verdünnen; beträgt die Dichte der Mischung 0,966, entsprechend 23,7 g oder 29,6 ccm Alkohol in 100 ccm, so sind zweckmäßig 50 ccm der Mischung zu 500 ccm zu verdünnen; usw.

3. Mit Rücksicht auf die sich im Verhältnis zu der starken Verdünnung vielfältigenden unvermeidlichen Versuchsfehler ist sorgfältiges Arbeiten und die Benutzung geeichter oder doch eichfähiger Meßgeräte (Kolben, Büretten, Pipetten) erforderlich. Beim Pipettieren wie auch beim Abtreiben sind die Spitzen der Pipetten und der Vorstöße in die vorgelegten Lösungen einzutauchen. Namentlich wegen der Flüchtigkeit des Aldehyds sind die Umsetzungsgefäße geschlossen zu halten und Umfüllungen nach Möglichkeit zu vermeiden. Auch ist darauf zu achten, daß die Ausgangs- und Versuchslösungen unter sich gleiche Wärmegrade aufweisen.

4. Da die doppeltnormale Kaliumbichromatlösung leicht auskristallisiert, ist es, namentlich zur kühlen Jahreszeit, geboten, sich von der Abwesenheit fester Ausscheidungen zu überzeugen.

B. Erforderliche Lösungen.

1. Doppeltnormale Kaliumbichromatlösung, enthaltend 98,066 g im Liter,
2. Schwefelsäure, verdünnte, hergestellt aus 500 g oder 275 ccm Schwefelsäure ($D = 1,84$) und 500 ccm Wasser,
3. Eisenvitriollösung, enthaltend 250 g Ferrosulfat im Liter,
4. Natronlauge, enthaltend 100 g Natriumhydroxyd im Liter,
5. Hydroxylaminchlorhydratlösung, enthaltend 100 g im Liter,
6. Methylorangelösung, enthaltend 1 g im Liter,
7. Jodkaliumlösung, enthaltend 100 g im Liter und
8. Natriumthiosulfatlösung, annähernd $\frac{1}{10}$ -normal, enthaltend 25 g im Liter.

C. Bestimmung des Acetons.

20 ccm des zweckentsprechend verdünnten Gemisches oder Abtriebes läßt man in 50 ccm doppeltnormale Kaliumbichromatlösung einfließen und fügt 100 ccm verdünnte Schwefelsäure hinzu. Zur Vermeidung stärkerer Erwärmung wird der Kolben unmittelbar nach dem Säurezusatz unter der Wasserleitung gekühlt. Nach 2—3-stündigem Stehen bei Zimmerwärme werden zur Reduktion der unveränderten Chromsäure 100 ccm Eisenvitriollösung hinzugegeben. Unter Vorlage von 5 ccm Natronlauge und 20 ccm Wasser werden etwa 75 ccm abgetrieben, und von diesem Abtriebe werden wiederum etwa 50 ccm unter Vorlage von 20 ccm Hydroxylaminchlorhydratlösung abgetrieben. Nach Verlauf von 1 Stunde wird die bei der Umsetzung des Acetons mit dem Hydroxylaminchlorhydrat freigewordene Salzsäure unter Verwendung von 2 Tropfen Methylorangelösung mit Normallauge titriert. — Durch einen blinden Versuch ist der Verbrauch von 20 ccm Hydroxylaminchlorhydratlösung an Normallauge zu bestimmen und in Abzug zu bringen.

D. Bestimmung des Aldehyds.

20 ccm des zweckentsprechend verdünnten Gemisches oder Abtriebes läßt man in ein Gemisch von 20 ccm Hydroxylaminchlorhydratlösung und 20 ccm Wasser einfließen. Nach Verlauf von 1 Stunde wird wie vorher die freigewordene Salzsäure titriert und der bei dem blinden Versuch erhaltene Wert berücksichtigt.

Ist das verdünnte Gemisch oder der Abtrieb nicht neutral, so ist die zur Neutralisation erforderliche Säure- oder Alkalimenge ebenfalls in Anrechnung zu bringen.

Der Aldehydgehalt berechnet sich aus dem Unterschiede zwischen dem ermittelten und gegebenenfalls berichtigten Verbräuche an Normallauge vor und nach der Oxydation.

E. Bestimmung des Alkohols.

10 ccm des zweckentsprechend verdünnten Gemisches oder Abtriebes läßt man in 25 ccm doppeltnormale Kaliumbichromatlösung einfließen, setzt 50 ccm verdünnte Schwefelsäure zu und kühlt wie unter C. Nach 2—3-stündigen Stehen wird der Inhalt des Kolbens unter mehrmaligem Nachspülen in einen Meßkolben von 500 ccm gebracht. Nach Auffüllen zur Marke und Durchmischen werden 50 ccm in einen Jodkolben abpipettiert, mit etwa 20 ccm Jodkaliumlösung versetzt und nach 10—15 Minuten unter Zusatz von Wasser und unter Verwendung von Stärkelösung in bekannter Weise mit Natriumthiosulfatlösung titriert.

Zur Feststellung des Wirkungswertes der Thiosulfatlösung dient ein blinder Versuch, indem 25 ccm doppeltnormale Kaliumbichromatlösung und 50 ccm verdünnte Schwefelsäure in gleicher Weise zu 500 ccm verdünnt und mit Thiosulfatlösung titriert werden.

Da der Gehalt an dem gleichzeitig mitbestimmten Aldehyd bereits nach D ermittelt ist, läßt sich unter Berücksichtigung des letzteren der Alkoholgehalt aus dem Verbrauch an Natriumthiosulfatlösung ohne weiteres berechnen.

F. Bestimmung geringer Aldehyd- und Acetonmengen.

Ist der Gehalt an Aldehyd und an Aceton im Vergleich zu dem Alkoholgehalte sehr gering, so werden bei der vorstehenden Arbeitsweise infolge der starken Verdünnung die zur titrimetrischen Bestimmung kommenden Aldehyd- und Acetonmengen so klein, daß das Untersuchungsergebnis unsicher werden kann. Dies trifft im allgemeinen zu, wenn 5 ccm des neutralen unverdünnten Gemisches oder Abtriebes nach dem Einfließenlassen in 20 ccm Hydroxylaminchlorhydratlösung weniger als 5 ccm Normallauge zur Neutralisation verbrauchen. In einem solchen Falle werden 100 ccm des unverdünnten Gemisches oder Abtriebes mit 100 ccm gesättigter Chlorcalciumlösung versetzt und unter Benutzung eines geeigneten Aufsatzes abgetrieben, indem man den Vorstoß in etwa 5 ccm Wasser eintauchen läßt, das sich in einem Mischzylinder von 50 ccm befindet. Von dem etwa 40 ccm betragenden, mit 50 ccm gesättigter Chlorcalciumlösung versetzten Abtrieb werden von neuem in gleicher Weise etwa 20 ccm abgetrieben und in 5 ccm Wasser aufgefangen. Schließlich werden auch von diesem Abtriebe, nach Zugabe von 50 ccm gesättigter Chlorcalciumlösung, 8 bis 10 ccm abgetrieben und in etwa 15 ccm Wasser aufgefangen. Der so erhaltene Abtrieb, welcher, wie bei der Berechnung der Untersuchungsergebnisse näher ausgeführt werden wird, neben Alkohol sämtlichen Aldehyd, jedoch nicht die Gesamtmenge des Acetons enthält, wird in einen Meßkolben von 500 ccm übergeführt. Die Bestimmung des Aldehyds und Acetons erfolgt in der vorher beschriebenen Weise.

Daß die Bestimmung des Alkohols in diesen Fällen nicht mit der angereicherten, sondern mit der ursprünglichen, aber zweckentsprechend verdünnten Probe auszuführen ist, versteht sich von selbst.

G. Ergänzende Bemerkungen.

Enthält das alkoholhaltige Erzeugnis nur Aldehyd oder nur Aceton, so vereinfacht sich das Untersuchungsverfahren naturgemäß erheblich.

Bei Abwesenheit von Aldehyd ergibt sich der Gehalt an Aceton unmittelbar aus der Titration der bei der Umsetzung mit Hydroxylaminchlorhydrat freiwerdenden Salzsäure und der Gehalt an Alkohol unmittelbar aus dem Verbrauch an Kaliumbichromat- bzw. Natriumthiosulfatlösung.

Bei Abwesenheit von Aceton ergibt sich der Gehalt an Aldehyd ebenfalls unmittelbar aus dem Verbräuche an Normallauge, während bei der Bestimmung des Alkohols die dem ermittelten Aldehydgehalte entsprechende Chromsäuremenge zu berücksichtigen und von dem Gesamtverbräuche an Kaliumbichromat- bzw. Natriumthiosulfatlösung abzuziehen ist.

Bei der Bestimmung des Acetons und Aldehyds ist ein etwaiger Gehalt an Säuren oder Basen zu berücksichtigen.

Berechnung des Alkohols, Aldehyds und Acetons.

1. Aceton.

Aus der Gleichung:

folgt, daß 58,048 g Aceton = 36,47 g Salzsäure = 40,06 g Natriumhydroxyd oder 1000 cem Normal-Lauge sind.

Mithin ist 1 cem Normal-Lauge = 0,058048 g Aceton.

2. Aldehyd:

a) Aus der Gleichung:

folgt, daß 44,032 g Aldehyd = 36,47 g Salzsäure = 40,06 g Natriumhydroxyd oder 1000 cem Normal-Lauge sind.

Mithin ist 1 cem Normal-Lauge = 0,044032 g Aldehyd.

b) Aus der Gleichung:

3 . 44,032 g Aldehyd = 294,2 g Kaliumbichromat,

44,032 g Aldehyd = 98,066 g Kaliumbichromat oder 1000 cem 2 N.-Kaliumbichromatlösung und

2,2016g Aldehyd = 4,9033 g Kaliumbichromat oder 1000 cem $\frac{1}{10}$ N.-Kaliumbichromatlösung sind.

Mithin ist 1 cem $\frac{1}{10}$ N.-Kaliumbichromat- bzw. Natriumthiosulfatlösung = 0,0022016 g Aldehyd und 1 g Aldehyd = 454,2 cem $\frac{1}{10}$ N.-Kaliumbichromat- bzw. Natriumthiosulfatlösung.

3. Alkohol:

Aus der Gleichung:

folgt, daß

3.46,048 g Alkohol = 2.294,2 g Kaliumbichromat,

23,024 g Alkohol = 98,066 g Kaliumbichromat oder 1000 ccm 2 N.-Kaliumbichromatlösung und

1,1512 g Alkohol = 4,9033 g Kaliumbichromat oder 1000 ccm $\frac{1}{10}$ N.-Kaliumbichromat- bzw. Natriumthiosulfatlösung sind.

Mithin ist 1 ccm $\frac{1}{10}$ N.-Kaliumbichromat- bzw. Natriumthiosulfatlösung = 0,0011512 g Alkohol.

Beispiel.

Die zu untersuchende neutrale Alkohol-Aldehyd-Aceton-Wasser-Mischung hatte bei 15° C die Dichte 0,853, entsprechend einem Alkoholgehalt von 67,2 g oder 84,0 ccm in 100 ccm, und war demnach im Verhältnis 1:20 zu verdünnen.

Die Untersuchung der so verdünnten Lösung ergab:

Aceton: 20 ccm der verdünnten Lösung (= 1 ccm der ursprünglichen Mischung) verbrauchten nach erfolgter Oxydation, Destillation und Umsetzung mit Hydroxylaminchlorhydratlösung 2,9 ccm Normal-Lauge. Da bei dem blinden Versuche zur Neutralisation von 20 ccm Hydroxylaminchlorhydratlösung 0,2 ccm Normallauge erforderlich waren, so berechnet sich der Acetongehalt auf

$$(2,9 - 0,2) \cdot 0,058048 \cdot 100 = 15,67 \text{ g in 100 ccm.}$$

Aldehyd: 20 ccm der verdünnten Lösung (= 1 ccm der ursprünglichen Mischung) verbrauchten nach der Umsetzung mit Hydroxylaminchlorhydratlösung, abzüglich des blinden Versuches, 5,4 — 0,2 = 5,2 ccm Normal-Lauge. Da für das in der gleichen Lösungsmenge enthaltene Aceton 2,7 ccm Normal-Lauge erforderlich waren, so berechnet sich der Aldehydgehalt auf

$$(5,2 - 2,7) \cdot 0,044032 \cdot 100 = 11,01 \text{ g in 100 ccm.}$$

Alkohol: 10 ccm der verdünnten Lösung (= 0,5 ccm der ursprünglichen Mischung) wurden nach der Oxydation zu 500 ccm verdünnt, von denen 50 ccm (= 0,05 ccm der ursprünglichen Mischung) 49,6 — 26,5 = 23,1 ccm Natriumthiosulfatlösung verbrauchten. Da 49,6 ccm Natriumthiosulfatlösung 50 ccm $\frac{1}{10}$ N.-Kaliumbichromatlösung, erhalten durch Verdünnen von 25 ccm 2 N.-Kaliumbichromatlösung zu 500 ccm, entsprechen, so sind zur Oxydation des in 0,05 ccm der ursprünglichen Mischung enthaltenen Alkohols und Aldehyds $\frac{23,10 \cdot 50}{49,60} = 23,30$ ccm $\frac{1}{10}$ N.-Kaliumbichromatlösung verbraucht worden.

Da ferner in 100 ccm der ursprünglichen Mischung 11,01 g Aldehyd ermittelt worden sind, so waren in den zur Titration verwendeten 0,05 ccm der ursprünglichen Mischung $\frac{0,05 \cdot 11,01}{100} = 0,0055$ g Aldehyd enthalten, welche bei der Oxydation $0,0055 \cdot 454,2 = 2,5$ ccm

$\frac{1}{10}$ N.-Kaliumbichromatlösung verbraucht haben. Demnach waren zur Oxydation des in 0,05 ccm der ursprünglichen Mischung enthaltenen Alkohols $23,3 - 2,5 = 20,8$ ccm $\frac{1}{10}$ N.-Kaliumbichromatlösung erforderlich.

Mithin waren in 100 ccm der ursprünglichen Mischung $20,8 \cdot 0,0011512 \cdot 2000 = 47,89$ g Alkohol enthalten.

Geringer Aceton- und Aldehydgehalt. Bei Gemischen, in denen der Gehalt an Aceton und Aldehyd im Vergleiche zum Alkoholgehalt sehr gering ist, ist für die Ermittlung des Acetongehaltes folgendes zu beachten:

Während die Trennung des bei 21° C siedenden Aldehyds von dem bei 78° C siedenden Alkohol nach der unter F gegebenen Vorschrift verhältnismäßig leicht gelingt, ist es nicht möglich, das bei 56° C siedende Aceton trotz der Verwendung gesättigter Chlorcalciumlösung durch fraktionierte Destillation so anzureichern, daß es vollständig in der letzten Fraktion von 8—10 ccm enthalten ist. Infolgedessen bleiben die für den Acetongehalt erhaltenen Werte erheblich hinter den theoretischen zurück. In diesen Fällen wird der Acetongehalt in der Weise ermittelt, daß der dem in dem Destillationsrückstande verbliebenen Acetonreste entsprechende Unterschied zwischen dem Laugenverbrauche der unverdünnten ursprünglichen Mischung und demjenigen der angereicherten verdünnten Lösung vor der Oxydation zu der nach der Oxydation verbrauchten Normal-Lauge hinzugerechnet wird.

Hat beispielsweise die bei der Umsetzung von 5 ccm der ursprünglichen Mischung mit Hydroxylaminchlorhydratlösung freigewordene Salzsäure $3,0 - 0,2 = 2,8$ ccm Normal-Lauge und haben 25 ccm der angereicherten und im Verhältnis von 100:500 ccm verdünnten Lösung (= 5 ccm der ursprünglichen Mischung) vor der Oxydation $2,45 - 0,2 = 2,25$ ccm und nach der Oxydation $1,0 - 0,2 = 0,8$ ccm Normal-Lauge verbraucht, so berechnet sich der in 100 ccm der ursprünglichen Mischung enthaltene

Aldehyd auf $(2,25 - 0,8) \cdot 0,044032 \cdot 20 = 1,28$ g und das

Aceton auf $[0,8 + (2,8 - 2,25)] \cdot 0,058048 \cdot 20 = 1,57$ g.

Nach dem vorstehend beschriebenen Verfahren sind zahlreiche Mischungen von Alkohol, Aldehyd, Aceton und Wasser verschiedenster Zusammensetzung untersucht worden. Die Ergebnisse waren, wie auch die von den Herren des Laboratoriums ausgeführten Untersuchungen ihnen in ihrer Zusammensetzung unbekannter Mischungen bestätigt haben, in allen Fällen befriedigend.

Die zu den angestellten Versuchen verwendeten Stoffe: Alkohol, Aldehyd und Aceton wurden zunächst nach dem Chromsäure- bzw. Hydroxylaminverfahren untersucht und lieferten die nachstehenden Ergebnisse:

Äthylalkohol, absoluter, $D_{15} = 0,7949$.

	In 100 ccm	In 100 g
Alkoholgehalt, { aus der Dichte	79,26 g	99,79 g
ermittelt { nach dem Chromsäureverfahren	79,44 „	99,94 „

Acetaldehyd, Siedepunkt 21° C, $D_{15} = 0,7875$.

Aldehydgehalt, { nach dem Hydroxylaminverfahren	70,44 „	88,95 „
ermittelt { „ „ Chromsäureverfahren	76,04 „	95,99 „

Aceton, $D_{15} = 0,7988$.

Acetongehalt, ermittelt nach dem

Hydroxylaminverfahren	77,08 „	96,96 „
---------------------------------	---------	---------

Bei diesen Ergebnissen der Prüfung der Ausgangsstoffe fällt namentlich auf, daß der Aldehydgehalt je nach dem angewendeten Verfahren verschieden gefunden wurde. Diese Erscheinung dürfte darauf zurückzuführen sein, daß der verwendete Acetaldehyd nicht chemisch rein war, sondern neben 89 Gewichtsteilen v. H. Aldehyd noch andere durch Chromsäure oxydierbare Stoffe enthielt.

Aus diesen Ausgangsstoffen wurden die Versuchslösungen in der Weise hergestellt, daß in gewogene Meßkolben von 100 ccm abgemessene Mengen Alkohol,

Aldehyd und Aceton eingewogen, die Kolben nach Zusatz von Wasser gekühlt und schließlich bei Zimmerwärme mit Wasser zur Marke aufgefüllt wurden. Hierbei war namentlich beim Aldehydzusatz sowohl die starke Wärmeentwicklung als auch die starke Zusammenziehung der Mischung beachtenswert.

Aus der großen Zahl der angestellten Versuche seien nur einige wenige in der folgenden Zusammenstellung, aus welcher sowohl die Zusammensetzung als auch die einzelnen Untersuchungsergebnisse ersichtlich sind, mitgeteilt.

Zusammensetzung	I		II		III		IV		V	
	ccm	g	ccm	g	ccm	g	ccm	g	ccm	g
Alkohol, absolut	50,0	39,57	50,0	39,61	70,0	55,42	25,0	19,71	175,0	137,88
Aldehyd	20,0	15,88	—	—	15,0	11,86	12,0	9,39	3,6	2,85
Aceton	—	—	20,0	15,90	10,0	7,95	5,0	3,95	4,0	3,16
Wasser	37,5	37,52	33,5	33,54	10,0	10,01	63,6	63,59	22,4	22,47
100 ccm Mischung wurden erhalten aus	107,5 ccm		103,5 ccm		105,0 ccm		105,6 ccm		$\frac{205,1}{2} = 102,6 \text{ ccm}$	
100 ccm Mischung wogen	92,97 g		89,05 g		85,24 g		96,64 g		$\frac{166,33}{2} = 83,16 \text{ g}$	
Dichte bei 15° C	0,9326		0,8946		0,8562		0,9679		0,8359	
Scheinbarer Alkoholgehalt in 100 ccm	40,54 g		54,19 g		65,75 g		22,19 g		71,04 g	
Zweckmäßige Verdünnung	1:20		1:20		1:20		1:10		1:20	
Untersuchungs- ergebnisse:										
Aceton										
1 ccm Mischung = ccm N.-Lauge	(0,05)		2,65		1,35		2 ccm = 1,35		5 ccm = 0,8	
Aldehyd + Aceton										
1 ccm Mischung = ccm N.-Lauge	3,30		2,65		3,75		2 ccm = 5,15		$\left\{ \begin{array}{l} 5 \text{ ccm vor dem An-} \\ \text{reichern} = 2,80; \\ 5 \text{ ccm nach dem} \\ \text{Anreichern} = 2,25 \end{array} \right.$	
Alkohol + Aldehyd										
0,05 ccm = ccm Thiosulfat	48,3 — 28,3 = 20,00		48,25 — 31,65 = 16,60		48,60 — 22,40 = 26,20		47,90 — 27,45 = 20,45		48,35 — 18,75 = 29,60	
Aceton in 100 ccm . .	—		15,38 g		7,84 g		3,92 g		1,57 g	
Aldehyd „ . .	14,53 g		—		10,57 „		8,37 „		1,28 „	
Alkohol „ . .	40,06 „		39,58 „		56,45 „		20,20 „		69,76 „	

Nach diesen Ergebnissen decken sich die analytisch ermittelten Werte nicht völlig mit den zugesetzten Mengen der einzelnen Ausgangsstoffe, und zwar ist im allgemeinen der Aceton- und besonders der Aldehydgehalt zu niedrig und der Alkoholgehalt zu hoch ausgefallen. Diese Abweichungen der gefundenen von den theoretischen Werten sind indessen, wie bereits bemerkt worden ist, vornehmlich darauf zurückzuführen, daß einerseits das verwendete Aceton nur 97 Gewichtsteile v. H. Aceton und der verwendete Aldehyd sogar nur 89 Gewichtsteile v. H. Aldehyd nach

dem Hydroxylaminverfahren, und daß andererseits letzterer nach dem Chromsäureverfahren 96 Gewichtsteile v. H. Aldehyd enthalten hat. Infolgedessen mußten die für Aceton und Aldehyd ermittelten Werte unterhalb der zugesetzten Menge bleiben, während die Alkoholbestimmung bei Gegenwart von Aldehyd wegen der in dem verwendeten Aldehyd enthaltenen fremden, die Chromsäure gleichfalls reduzierenden Stoffe zu hohe Werte ergeben mußte.

In gleicher Weise wie der Äthylalkohol werden auch die Homologen des Äthylalkohols von dem Chromsäuregemisch unter den angegebenen Versuchsbedingungen zu den Fettsäuren mit gleicher Kohlenstoffzahl oxydiert. Daher ist es, wie auch die Versuche bestätigt haben, nicht möglich, in Branntweinen und anderen alkoholhaltigen Erzeugnissen, welche das niedrigste Glied der einwertigen Alkohole, den Methylalkohol, oder welche die den wesentlichen Bestandteil der Fuselöle bildenden höheren Glieder dieser Reihe, den Propyl-, den Butyl- und den Amylalkohol, enthalten, den Äthylalkohol nach dem Chromsäureverfahren zu bestimmen. Bei einem erheblichen Fuselölgehalte wird die Alkoholstärke am zweckmäßigsten aus der Dichte bestimmt und von dem so ermittelten scheinbaren Alkoholgehalte der nach dem Röse'schen Verfahren gefundene Gehalt an Fuselöl, dessen Dichte von derjenigen des Äthylalkohols nicht sehr verschieden ist, abgezogen. Im allgemeinen ist jedoch der Fuselölgehalt der in Frage kommenden Erzeugnisse so gering, daß er vernachlässigt werden kann. Aber auch in diesen Fällen bietet das Chromsäureverfahren gegenüber der Bestimmung des Alkohols aus der Dichte keine merklichen Vorteile.

Erheblich günstiger als bei den fuselölhaltigen Branntweinen liegen die Verhältnisse für das Chromsäureverfahren bei den alkoholhaltigen Erzeugnissen, welche andere neutrale flüchtige Stoffe wie Benzol, Chloroform, einfache und zusammengesetzte Äther, Ester der Fettsäuren und aromatischen Säuren und ätherische Öle enthalten, und welche namentlich bei ihrer Ausfuhr gegen Steuervergütung häufiger Gegenstand der Untersuchung, insbesondere der Feststellung des Gehaltes an vergütungsfähigem Alkohol werden.

Die genannten und ähnliche, die zuverlässige Ermittlung des Alkoholgehaltes aus der Dichte ausschließende Beimengungen lassen sich nach ihrer Oxydierbarkeit und nach ihrer Wasserlöslichkeit in drei Gruppen sondern:

Sind die neutralen flüchtigen Beimengungen verhältnismäßig schwer oxydierbar, werden sie also unter den angegebenen Versuchsbedingungen von Chromsäure nicht angegriffen, so ist es belanglos, ob sie bei der vorzunehmenden starken Verdünnung gelöst bleiben oder abgeschieden werden. In diese Gruppe der schwer oxydierbaren neutralen flüchtigen Stoffe gehören z. B. Chloroform und Benzol, von denen bei der Verdünnung 1:20 das erstere gelöst bleibt, das letztere dagegen ausgeschieden wird und leicht durch Filtration von dem schwachen Branntwein getrennt werden kann.

Von den verhältnismäßig leicht oxydierbaren Beimengungen lösen sich die niederen Glieder der einfachen und zusammengesetzten Äther und der Fettsäureester ziemlich leicht in Wasser, während die höheren Glieder dieser Reihen, ferner die Ester der aromatischen Säuren und die ätherischen Öle nur schwer in Wasser löslich sind. Infolgedessen werden die zur letzten Gruppe gehörenden, in Wasser schwer löslichen neutralen flüchtigen Stoffe bei der starken Verdünnung ohne weiteres ausgeschieden und können leicht durch Filtration der Einwirkung der Chromsäure entzogen werden. Dem Übelstande, daß bei der starken Verdünnung namentlich die ätherischen Öle häufig schwer auflösbare Emulsionen bilden, läßt sich in einfacher Weise dadurch

begegnen, daß man der verdünnten Lösung ein auf Chromsäure nicht einwirkendes anorganisches Salz, am besten Natriumsulfat, zusetzt oder das alkoholhaltige Erzeugnis in Natriumsulfatlösung einfließen läßt und darauf die Salzlösung mit Petroleumbenzin ausschüttelt. — In gleicher Weise gelingt es auch, die Glieder der zweiten Gruppe, die verhältnismäßig leicht oxydierbaren und in Wasser löslichen niederen Äther und Fettsäureester von dem verdünnten Alkohol zu trennen.

Versuche, auch die Fuselöle mittels Natriumsulfats und Petroleumbenzins vom Branntwein zu scheiden, haben ein befriedigendes Ergebnis nicht gehabt. Vielmehr hat es sich gezeigt, daß die Fuselöle nur zum geringeren Teile in das Petroleumbenzin übergehen und zum größeren Teile in dem verdünnten, stark natriumsulfathaltigen Branntwein gelöst bleiben. Dieses Verhalten ist wohl daraus zu erklären, daß der noch in jedem Verhältnis mit Wasser mischbare Propylalkohol auch in schwach alkoholhaltiger Natriumsulfatlösung löslich ist, daß dagegen die Löslichkeit der folgenden einwertigen Alkohole in Wasser bzw. Natriumsulfatlösung mit steigendem Kohlenstoffgehalt sinkt und umgekehrt die Löslichkeit in anderen Lösungsmitteln wie Petroleumbenzin steigt.

Demnach empfiehlt es sich, für die neutrale flüchtige Stoffe enthaltenden alkoholhaltigen Erzeugnisse — mit Ausnahme derjenigen, welche beachtenswerte Mengen Methylalkohol oder Fuselöl enthalten — die Abscheidung der störenden Beimengungen, mögen diese schwer oder leicht oxydierbar und schwer oder leicht in Wasser löslich sein, mittels Natriumsulfats und Petroleumbenzins allgemein vorzuschreiben.

Ein in allen Fällen zum Ziele führendes Verfahren ist das folgende:

Je nach der scheinbaren Alkoholstärke des alkoholhaltigen Erzeugnisses oder des aus ihm erhaltenen Abtriebes läßt man 25 oder 50 ccm in etwa 400 ccm Natriumsulfatlösung, welche 150 g wasserfreies Salz im Liter enthält, einfließen, füllt mit der Natriumsulfatlösung auf 500 ccm auf, führt den Inhalt des Meßkolbens in einen Scheidetrichter über und schüttelt mit 50 ccm Petroleumbenzin aus. Bei in Wasser verhältnismäßig leicht löslichen niederen Äthern und Fettsäureestern und ähnlichen Stoffen ist es zweckmäßig, das Ausschütteln mit der gleichen Menge Petroleumbenzin zu wiederholen. Wenn sich die Schichten vollkommen getrennt haben, am besten am folgenden Tage, wird die völlig klare Salzlösung — gegebenenfalls unter Verwendung eines trocknen Filters — abgelassen. In 10 ccm der verdünnten Lösung (= 0,50 bzw. 1,0 ccm der ursprünglichen Probe oder des Abtriebes) wird der Alkoholgehalt mittels Chromsäure in der beschriebenen Weise bestimmt.

Gegenüber der Verbindung des Aussalzens mit dem Ausäthern bietet das in den Branntweinsteuer-Ausführungsbestimmungen vorgeschriebene Aussalzen oder Ausäthern den Nachteil, daß bei alkoholreichen Branntweinen und anderen alkoholhaltigen Erzeugnissen die Abscheidung der störenden flüchtigen Bestandteile häufig nur eine unvollkommene ist, oder daß das Lösungsmittel zum geringen Teil in den Branntwein übergeht. Im letzten Falle wird die Alkoholbestimmung aus der Dichte infolge ihrer Beeinflussung durch das spezifisch leichte Petroleumbenzin stets zu hohe Werte liefern, während im ersten Falle je nach der Dichte der flüchtigen Bestandteile die Alkoholbestimmung zu hohe wie zu niedrige wie auch zuweilen richtige Ergebnisse liefern wird. Wenn auch durch Verbindung der beiden amtlich vorgeschriebenen vorbereitenden Maßnahmen, des Aussalzens und des Ausätherns, die Abscheidung der störenden flüchtigen Stoffe gesteigert und die Löslichkeit des Petroleumbenzins herabgesetzt werden kann, so bleibt doch zwischen der Alkoholbestimmung aus der Dichte

und derjenigen nach dem Chromsäureverfahren der grundlegende Unterschied bestehen, daß bei der ersteren stärkere Verdünnungen nach Möglichkeit zu vermeiden sind, daß dagegen die letztere starke Verdünnungen — unter 5 Raumteile v. H. Alkohol — zur Voraussetzung hat. Es unterliegt keinem Zweifel, und es bedarf kaum eines experimentellen Beweises, daß alkoholreiche Branntweine trotz Aussalzens oder Ausätherns oder der Verbindung beider Maßnahmen erheblich größere Mengen an störenden flüchtigen Stoffen, namentlich an niederen Äthern und Fettsäureestern, in Lösung halten werden als alkoholarme. In erster Linie in der starken Verdünnung und erst in zweiter Linie in der Verbindung des Aussalzens und Ausätherns liegt der unbestreitbare Vorzug des Chromsäureverfahrens zur Bestimmung des Alkohols in derartigen, neutrale flüchtige Stoffe enthaltenden Branntweinen gegenüber der Bestimmung aus der Dichte. Dazu kommt noch, daß die Alkoholbestimmung nach dem Chromsäureverfahren in allen Fällen auf kaltem Wege ausgeführt wird, daß dagegen der Alkoholbestimmung aus der Dichte im Falle erfolgten Aussalzens ein Abtrieb des Branntweins vorauszugehen hat.

Von einer eingehenden planmäßigen experimentellen Beweisführung zur Erhärtung der vorstehenden Ausführungen muß vorläufig, hauptsächlich infolge der derzeitigen Unmöglichkeit der Beschaffung von Petroleumbenzin, abgesehen werden. Gleichwohl seien nachstehend (S. 465 und 466) einige hierher gehörende Untersuchungen mitgeteilt, aus welchen einerseits der Einfluß des Aussalzens und Ausätherns auf die Alkoholermittelung nach dem Chromsäureverfahren und andererseits die Abweichungen der vor wie auch nach der Vorbehandlung mit Natriumsulfat und Petroleumbenzin erhaltenen Alkoholwerte von den wahren Alkoholstärken ohne weiteres ersichtlich sind.

Die aus den vorstehenden Ausführungen und aus den bisher durchgeführten Untersuchungen sich ergebenden Schlußfolgerungen lassen sich kurz, wie folgt, zusammenfassen:

Das Chromsäureverfahren soll das bisher allgemein übliche Verfahren der Alkoholbestimmung aus der Dichte nicht bei solchen Branntweinen und anderen alkoholhaltigen Erzeugnissen ersetzen, bei denen es durch Abtreiben, mit oder ohne Zusatz von Alkalien und Mineralsäuren, gelingt, die die Dichte beeinflussenden Stoffe auszuschalten und einen lediglich aus Alkohol und Wasser bestehenden Abtrieb zu erhalten, ferner auch nicht in denjenigen Fällen, in denen die neutralen flüchtigen Stoffe aus einwertigen Alkoholen der Fettreihe, insbesondere aus Methylalkohol und Fuselöl, bestehen. Dagegen ist dem Chromsäureverfahren dann der Vorzug zu geben, wenn die alkoholhaltigen Erzeugnisse andere flüchtige Beimengungen wie Aldehyd, Aceton, Chloroform, Benzol, einfache und zusammengesetzte Äther, Ester der Fettsäuren und aromatische Säuren, ätherische Öle oder ähnliche Stoffe enthalten, deren Abscheidung nach einem der amtlich vorgeschriebenen Verfahren nicht in einem solchen Grade möglich ist, daß die Alkoholbestimmung aus der Dichte zuverlässige Ergebnisse liefert.

Überdies ermöglicht das Chromsäureverfahren bei aldehyd- und acetonhaltigen Branntweinen und anderen alkoholhaltigen Erzeugnissen nicht nur die Bestimmung ihres Alkoholgehaltes, sondern auch eine mit letzterer in einfacher Weise zu verbindende Bestimmung ihres Aldehyd- und Acetongehaltes.

Alkoholbestimmungen nach dem Chromsäureverfahren.
a) Ohne vorhergegangenes Aussalzen und Ausäthern.

Bezeichnung des flüchtigen Stoffes	Kartoffel- fuselöl		Kornfuselöl		Äthyläther		Äthyläther		Essigsäure- äthylester		Valerian- säure- Äthylester		Chloroform		Benzol	
	ccm	g	ccm	g	ccm	g	ccm	g	ccm	g	ccm	g	ccm	g	ccm	g
Alkohol (wahre Al- koholstärke) . . Flüchtige Stoffe . . Wasser	50,0	39,60	50,0	39,54	90,0	70,70	75,0	59,00	25,0	19,82	90,0	70,80	90,0	70,72	90,0	70,65
	5,0	4,12	5,0	4,13	5,0	3,57	20,0	14,28	5,0	4,52	5,0	4,33	5,0	7,39	5,0	4,39
	48,2	48,24	48,4	48,39	6,4	6,40	7,1	7,11	72,2	72,18	6,1	6,11	6,1	6,06	6,2	6,23
Dichte der Mischung bei 15° C	0,9228		0,9240		0,8129		0,8091		0,9700		0,8201		0,8482		0,8190	
Scheinbare Alkoholstärke, g in 100 ccm	44,36		43,90		76,11		76,84		20,66		74,66		67,91		74,87	
Untersuchungs- ergebnisse: 0,05 ccm Mischung = ccm Thiosulfatlösung	48,25 — 30,50 = 17,75		48,25 — 30,65 = 17,60		48,60 — 18,25 = 30,35		0,1 ccm: 48,85 — 22,90 = 25,95		48,25 — 29,60 = 18,65		48,85 — 18,20 = 30,65		48,60 — 18,55 = 30,05		48,60 — 18,60 = 30,00	
Alkohol in 100 ccm . .	42,34 g		41,98 g		71,89 g		61,16 g		22,25 g		72,24 g		71,18 g		71,06 g	
Abweichung von der wah- ren Alkoholstärke . .	+ 2,74 g		+ 2,44 g		+ 1,19 g		+ 2,16 g		+ 2,43 g		+ 1,44 g		+ 0,46 g		+ 0,41 g	

Alkoholbestimmungen nach dem Chromsäureverfahren.

b) Nach vorhergegangenem einmaligem Aussalzen und Ausäthern.

Bezeichnung des flüchtigen Stoffes	Kartoffel- fuselöl		Korn- fuselöl		Äthyl- äther		Essigsäure- äthylester		Valerian- säure- äthylester		Salicyl- säure- methylester		Kümmel- öl		Pfeffer- minzöl		Melissen- öl		Lavendel- öl	
	ccm	g	ccm	g	ccm	g	ccm	g	ccm	g	ccm	g	ccm	g	ccm	g	ccm	g	ccm	g
Alkohol (wahre Al- koholstärke) . .	50,0	39,37	50,0	39,32	75,0	59,00	25,0	19,58	90,0	70,80	90,0	70,70	90,0	70,61	90,0	70,66	90,0	70,6	90,0	70,61
Flüchtige Stoffe . .	5,0	4,13	5,0	4,08	20,0	14,28	5,0	4,49	5,0	4,33	5,0	5,90	5,0	4,85	5,0	4,52	5,0	4,41	5,0	4,72
Wasser	47,8	47,75	47,9	47,85	7,1	7,11	72,6	72,63	6,1	6,11	6,8	6,81	6,7	6,67	6,6	6,57	6,6	6,64	6,6	6,58
Dichte der Mischung bei 15° C	0,9231		0,9237		0,8091		0,9700		0,8201		0,8386		0,8275		0,8237		0,8234		0,8265	
Scheinbare Alkoholstärke, g in 100 ccm	44,24		44,01		76,84		20,66		74,66		70,37		73,02		73,87		73,93		73,24	
Untersuchungs- ergebnisse:																				
0,05 ccm Mischung = ccm Thiosulfatlösung	43,80 — 31,33 = 17,45		43,80 — 31,33 = 17,45		43,85 — 23,45 = 20,40		0,1 ccm: 43,85 — 31,55 = 17,30		43,85 — 18,55 = 25,30		43,85 — 18,70 = 25,15		43,80 — 18,50 = 25,30		43,80 — 18,50 = 25,30		43,80 — 18,45 = 25,35		43,80 — 18,50 = 25,30	
Alkohol in 100 ccm . .	41,16 g		41,16 g		59,86 g		20,39 g		71,40 g		71,06 g		71,30 g		71,30 g		71,42 g		71,30 g	
Abweichung von der wahr- en Alkoholstärke . .	+ 1,79 g		+ 1,84 g		+ 0,86 g		+ 0,81 g		+ 0,60 g		+ 0,36 g		+ 0,69 g		+ 0,64 g		+ 0,77 g		+ 0,69 g	