Das Reiben mit einem Lappen aus weichem Leder scheint die relativ stärksten Störungen hervorzurufen.

Versuche mit Kugeln aus Hollundermark bestätigten zur Evidenz das Vorhandensein von Reibungselektricität in den Schalen. Die die letzteren unterstützenden Achatknöpfchen blieben bei mässigem Reiben indifferent.

Die erwähnten beabsichtigten oder unbeabsichtigten Störungen dauerten oft nur kurze Zeit, bei stärkerer Erregung jedoch 10–20 Minuten, innerhalb dieser Zeit war die Waage unbrauchbar.

Bei Waagen mit Metallschalen gelang es mir nicht, ähnliche störende Erscheinungen hervorzurufen.

Wie mir der Fabrikant der Waage schon früher mittheilte, sollen auch Gewichte aus Bergkrystall, welche auf den Boden gefallen waren, unmittelbar nachher vorübergehende Gewichtsveränderungen zeigen. Ob hier der Stoss oder die nach dem Aufheben vorgenommene Reinigung durch Abreiben die Ursache dafür sind, lasse ich dahingestellt.

Neue Laboratoriumsapparate.

Von

Dr. H. Bremer-München.

A. Apparat zur Bestimmung des Stickstoffs nach Kjeldahl und zur Bestimmung von Ammoniak.

Einige Fehlerquellen der Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl werden vermieden, wenn die von mir bereits 1892 kurz beschriebene¹⁾ Ausführung des Verfahrens gewählt wird, welche sich inzwischen in manchen Laboratorien eingeführt und bewährt hat, sodass ihre Beschreibung mit einer inzwischen angebrachten Verbesserung wohl für weitere Kreise von Interesse ist. Diese Ausführung besteht wesentlich darin, dass die Verbrennung in einem weithalsigen Kolben (von ca. 250 ccm Inhalt) ausgeführt wird, und dass aus demselben Kolben das Ammoniak mit Wasserdampf abdestillirt wird, wobei die Lauge, welche das Ammoniak in Freiheit setzt, erst nach Verschluss des Kolbens zugesetzt wird, sodass auch nicht Spuren von Ammoniak verloren gehen können.

Die Verbrennung der stickstoffhaltigen Substanz wird in Kolben aus Schott'schem Glase vorgenommen, welche einen langen Hals von möglichst gleichmässiger Weite (35 mm lichte Weite) haben, sodass sie alle auf denselben Stopfen passen. Die Verbrennung in diesen Kolben nimmt kaum längere Zeit in Anspruch wie in den kleineren Kolben mit engem Halse, wenn man die Mündung mit einer beiderseits offenen Glasbirne, etwa einer auf beiden Seiten abgekürzten und abgeschrägten grösseren Vollpipette, verschliesst, wodurch die abdestillirende Schwefelsäure grösstentheils wieder verdichtet wird und zurück-

¹⁾ Pharm. Wochenschr. (Pharm.) 1892, 60, 245, 263, 277.

fließt. Ist die Verbrennung vollendet, so lässt man erkalten oder bringt durch Tuch- und Wasserkühlung zum Erkalten. Zu der vollständig erkalteten Säure giesst man in einem Schuss unter Umschwenken des Kolbens 100 ccm kaltes Wasser, was ohne Gefahr geschieht, da die Menge des auf einmal zugegebenen Wassers die durch die Reaktion zwischen Schwefelsäure und Wasser entstehende Wärme unter der Siedetemperatur hält. Der Kolben wird nun wieder gekühlt und dann mit dem Destillationsapparate verbunden, wie aus nebenstehender Figur (Fig. 18) ersichtlich ist. Als Verschluss dient ein guter Gummistopfen mit zwei Durchbohrungen, durch welche die Dampfleitungsrohre führen. Auf absolut dichten Verschluss ist hier besonders zu achten. Das Dampfzuleitungsrohr trägt an seinem nach abwärts gerichteten Theile oben einen Tropftrichter mit Glashahn, der auch durch ein Gummistück mit Quetschhahn ersetzt werden kann, an seinem aufwärts gerichteten Theile ein mit Quetschhahn verschlossenes Ventil. Durch den Trichter wird die Lauge zugegeben, welche sich auf dem Boden des Kolbens als besondere Schicht unter der kalten, verdünnten Schwefelsäure sammelt und erst nach Verschluss des Ventils durch den in einem Blechkessel entwickelten Wasserdampf gemischt wird, wodurch die Flüssigkeit im Destillationskolben zugleich soweit erwärmt wird, dass die Destillation sofort beginnt. Die Destillation verläuft äusserst schnell und glatt, ohne Siedeverzug und Stossen, welche bei der direkten Destillation trotz mancherlei Zusätze nicht ganz zu vermeiden waren und bisweilen zum Ueberspritzen kleiner Mengen Lauge in das Destillat führen konnten. Wohl in Folge der Vermeidung des Siedeverzuges geht auch die indirekte Destillation mit Wasserdampf nicht unbedeutend schneller als die direkte Destillation. Zu beachten ist, dass alle Dampfleitungsrohren genügend weit (8 mm lichte Weite) und an ihrem unteren Theile gut abgeschrägt sein müssen, sodass das kondensirte Wasser ohne Abschluss der Glasröhren zurückfliessen kann. Dies gilt besonders auch für das zur Kugel erweiterte Dampfableitungsrohr und die in die Kugel eingeschmolzene Glasröhre, welche ein Hinüberspritzen aus dem Kolben in die Vorlage verhindern soll. Werden diese Glasröhren nicht weit genug gewählt, dann funktioniert der ganze Apparat mangelhaft. Ferner ist es nothwendig, dass für die Röhren, durch welche die Ammoniakwasserdämpfe gehen, ein gutes Glas gewählt wird, welches möglichst wenig Alkali abgiebt. Anfangs der Destillation, besonders

Fig. 18.

bei grösseren Ammoniakmengen, empfiehlt sich die Anwendung von Kühlung, doch bald stellt man das Kühlwasser ab, sodass die überdestillirenden Dämpfe schliesslich die Flüssigkeit in der Vorlage kurze Zeit zum Sieden erhitzen, wodurch etwa vorhandene Kohlensäure verjagt wird, und dann nach sofortigem Abkühlen mit scharfem Umschlag (Lakmus) titirt werden kann.

Will man den Apparat zur Bestimmung von Ammoniak neben organischer Substanz mittelst Magnesia oder dem von mir vorgeschlagenen Baryumkarbonat (l. c.) benutzen, so muss er gründlichst von Alkali und Alkalikarbonat gereinigt werden, da schon die geringsten Mengen Alkali und Alkalikarbonat Ammoniak aus den organischen Stickstoffverbindungen abspalten. Aus diesem Grunde muss auch das zu verwendende Baryumkarbonat absolut alkalifrei sein. Um ein oft auftretendes Schäumen hierbei zu beseitigen, giebt man in den Trichter Alkohol und lässt ihn während der Destillation tropfenweise in den Kolben fliessen.

Schliesslich mag noch erwähnt werden, dass Herr Privatdocent Dr. Cremer an dem Apparate die Aenderung getroffen hat, dass er das Wasserdampfzuleitungsrohr durch die Kugel in das erweiterte Ableitungsrohr einführt. Hierdurch erspart man eine Durchbohrung des Verschlusses, was die Dichtung noch mehr sichern soll. Nachdem jedoch auch ein zweifach durchbohrter Gummistopfen sicher schliesst, sofern der Gummistopfen überhaupt noch brauchbar für diesen Zweck ist, dürfte diese Abänderung kaum nothwendig sein.

An einen grösseren Dampfentwickler können auch mehrere Destillationsapparate angeschlossen werden.

B. Pipette mit automatischer Einstellung.

Die nebenstehend abgebildete Pipette (Fig. 19) mit automatischer Einstellung ermöglicht nicht nur dem Laien bei mangelnder Fingerfertigkeit das bequeme Abmessen von bestimmten Flüssigkeitsmengen, sie garantirt auch die grösste Genauigkeit, wie sie bei den gewöhnlichen Pipetten durch den geschicktesten und exaktesten Arbeiter kaum immer erreicht werden kann. Das eigentliche Messgefäss ist eine Vollpipette mit zwei ganz gleichen Röhren, die beide in Spitzen mit gleich weiten, sehr engen Oeffnungen auslaufen. Mittelst eines Gummistopfens wird diese Pipette dicht in eine zweite, abgekürzte, mit Glashahnverschluss versehene Pipette eingesetzt. Die Pipette wird gefüllt durch Eintauchen der untersten Spitze in die Flüssigkeit und Saugen an der oberen Mündung bei offenem Hahn. Sobald aus der oberen Mündung der unteren Pipette, der eigentlichen Messpipette, Flüssigkeit ausströmt, wird bei fortgesetztem Saugen der Hahn geschlossen. Es strömt dann noch soviel Flüssigkeit aus der Messpipette in den bauchigen Theil der oberen Pipette nach, bis sich der äussere und innere Luftdruck ausgeglichen hat. Hebt man jetzt die Pipette aus der Flüssigkeit, so ist die Messpipette genau gefüllt; durch Oeffnen des Hahnes fliesst die

Fig. 19. die Messpipette genau gefüllt; durch Oeffnen des Hahnes fliesst die

abgemessene Flüssigkeit aus. Die Pipette muss oberhalb des Hahnes gehalten werden, der Luftraum der oberen Pipette, welcher die Einstellung bewirkt, darf während des Abmessens wegen der Erwärmung und Ausdehnung der Luft nicht berührt werden.

Diese Pipette mit automatischer Einstellung misst genauer wie die gewöhnlichen Pipetten, weil die Einstellung ganz unabhängig von einer Ablesung geschieht und weil beide Grenzen der Flüssigkeit, auch die obere, durch eine sehr feine Säule gebildet werden.

Man kann natürlich Pipetten verschiedener Grösse, von 1 bis 100 cem, je nach Bedarf in die obere Pipette einsetzen, oder auch für bestimmte Zwecke, z. B. die Abmessung der Verseifungslauge, beide Pipetten mit einander verschmelzen. Auch kann an dem Luftgefässe ein Tubus zum Ablassen der übergestiegenen Flüssigkeit angebracht werden.

Die Anfertigung bezw. Einstellung dieser Messpipetten auf ein bestimmtes genaues Volumen ist natürlich etwas schwieriger als bei den gewöhnlichen Pipetten mit Marke.

C. Scheidetrichter für Erwärmung.

Von den beiden gezeichneten Scheidetrichtern ist der eine (Fig. 20) für den speciellen Zweck der Prüfung der Margarine auf Sesamöl konstruirt worden, wie sie das Reichskanzleramt durch Rundschreiben empfohlen hat. Schon C. A. Neufeld hat für die officiell empfohlene Prüfung bei Gegenwart von Azofarbstoff eine geeignete Vorrichtung beschrieben¹⁾, die Handhabung des neuen Scheidetrichters dürfte für die betreffenden Beamten jedoch leichter sein. Dieser Scheidetrichter

Fig. 20.

besteht aus zwei graduirten, in einander geschliffenen, starkwandigen Reagensgläsern von je 25 cem Inhalt, von denen das eine ausgezogen und mit einem Hahnrohr verbunden ist. Das Fett und die Säure werden in das als Stopfen dienende Reagensglas gebracht und bei geöffnetem Hahn des umgekehrten Scheidetrichters erwärmt. Dann wird der Hahn geschlossen, geschüttelt und, die mit Hahn versehene Hälfte nach unten, hingestellt. Bei Abnahme des oberen Reagensglases kann man dann die untere Flüssigkeitsschicht ablaufen lassen.

Fig. 21 zeigt einen für die Erwärmung auf dem Wasserbade konstruirten Scheidetrichter für grosse Flüssigkeitsmengen. Der Trichter ist einseitig zur Form einer Glasschale ausgeblasen. Die Wandungen sind natürlich entsprechend dünn zu halten. In diesen schalenartigen Scheidetrichtern kann auch gleich das Lösungsmittel event. unter einem indifferenten Gase abdestillirt werden.

Fig. 21.

¹⁾ Diese Zeitschr. 1898, 157.

In den meisten Fällen, wo sich bei dem Ausschütteln Emulsionen bilden, leisten solche Scheidetrichter, welche (auf dem Wasserbade) erwärmt werden können, gute Dienste.

Die Probeapparate hat nach meinen Angaben Herr Ch. Fuchs-München ausgeführt, welcher für den Bezug empfohlen werden kann.

Herrn Assistent, Apotheker L. Geret, welcher die Liebenswürdigkeit hatte, die Zeichnungen auszuführen, sage ich auch an dieser Stelle Dank.

Ueber die Bestimmung des Zuckers auf elektrolytischem Wege.

Von

J. Formánek, k. k. Inspektor.

(Mittheilung aus der k. k. Lebensmittel-Untersuchungs-Anstalt der böhmischen Universität in Prag.)

Obwohl die Allihn'sche Zuckerbestimmungsmethode präzise Analysenresultate liefert, gehört sie doch keineswegs zu den leicht ausführbaren und expeditiven analytischen Methoden.

Der Verfasser dieser Zeilen glaubt, dass durch nachfolgende Modifikation der Allihn'schen Methode in den Laboratorien, welche für Elektrolyse eingerichtet sind, von Anwendung des Asbestfilters und des Wasserstoff-Entwicklungsapparates Umgang genommen werden kann, wodurch die Ausführung dieser Methode sehr erleichtert erscheint.

Bei der Bestimmung des die Fehling'sche Lösung reducirenden Zuckers verfährt man genau nach der Vorschrift bis zur Abscheidung des Kupferoxyduls. Anstatt aber durch Asbest wird durch passendes Papierfilter filtrirt, der Niederschlag mit heissem Wasser ausgewaschen, sodann in Salpetersäure gelöst, mit Ammoniak im Ueberschusse versetzt, Ammoniumnitrat zugesetzt und die Kupferlösung der Einwirkung des elektrischen Stromes ausgesetzt. Das ausgeschiedene Kupfer wird gewogen und in betreffenden Tabellen die Menge des gesuchten Zuckers gefunden.

Die Methode zeichnet sich nicht vielleicht durch eine besonders rasche Ausführung aus, gestattet aber gleichzeitige Durchführung von mehreren Analysen neben einander, sie ist bequem und genau, was namentlich für die Bestimmung des Zuckers in den Lebensmitteln (Wein, Milch, Liqueure etc.) von einem Nutzen sein könnte.

Um von der Richtigkeit seiner Angabe zu überzeugen, hat der Verfasser eine Reihe von Versuchen angestellt und erlaubt er sich, das Verfahren und die nach demselben erhaltenen Resultate mitzutheilen.

Zu diesem Zwecke wurde eine beinahe 1⁰/₁₀-ige Lösung von reiner Glykose vorbereitet. Zu den in einem 250 cem fassenden Bechergläse befindlichen