

4) Der Verlust an Zucker bei der Scheidung des Rübensaftes scheint aus dem Freiwerden der Alkalien durch die Scheidung und aus dem Vorhandensein von Eisen und Mangansalzen im Saft zu entspringen.

LXI.

Versuche zur Begründung des ihm patentirten Verfahrens, anlangend die Beseitigung des Verlustes an Zucker bei der Scheidung des Rübensaftes und die Gewinnung einer reineren Zuckermasse aus demselben.

Von

Michaelis in Magdeburg.

Schon im Jahre 1843, nachdem ich das Patent behufs der Anwendung der Kohlensäure erhalten hatte, hatte ich mir vorgenommen, um eine genaue Einsicht in die Erscheinungen zu erlangen, welche die Zuckerfabrication aus Rüben begleiten, Versuche zur Ermittlung der Einwirkung des Aetzkalkes, des Aetzkalis und des kohlensauren Kalis auf den Zucker anzustellen. Noch mehr Veranlassung musste ich zu diesen Versuchen in den Resultaten finden, welche ich am 22. und 25. September 1848 über die Verluste bei der Scheidung erhalten hatte. Nichtsdestoweniger blieben jene Versuche unausgeführt, weil ich zu eben diesem Zwecke auch eine genaue Kenntniss der Bestandtheile der Runkelrübe für nothwendig gehalten und desshalb schon im Jahre 1844 eine Analyse dieser Rübe angefangen hatte, die mich gerade damals fast ausschliesslich beschäftigte.

Durch diese Untersuchung hatten sich mir bis zum Herbst 1849 als Bestandtheile des Saftes der Runkelrübe herausgestellt:

- | | |
|---------------|-------------------|
| 1. Farbstoff, | 5. Zucker, |
| 2. Eiweiss, | 6. Chlor, |
| 3. Pectin, | 7. Phosphorsäure, |
| 4. Pectase, | 8. Kieselsäure, |

- | | |
|------------------------|----------------|
| 9. Oxalsäure, | 15. Mangan, |
| 10. Citronensäure, | 16. Magnesia, |
| 11. Parapectinsäure,*) | 17. Kalk, |
| 12. Metapectinsäure, | 18. Kali, |
| 13. Extractivstoff, | 19. Natron.**) |
| 14. Eisen. | |

Als mir nun im Herbste 1849 vom Verfahren Melsens versichert wurde, dass bei diesem Verfahren der Rübensaft beim Verkochen nicht nur nicht braun werde, sondern auch bis zuletzt krystallisirbare Produkte liefere, und ich zufolge dieser Versicherung von dem Verfahren Melsens annahm, dass bei demselben der Rübensaft sich deshalb nicht braun färbe, weil der Zusatz des sauren schwefligsauren Kalkes das Auftreten freier Alkalien verhindere und dadurch Zersetzungen gewisser Bestandtheile des Rübensaftes und des Zuckers verhüte, welche die Färbung des Saftes zur Folge hätten: so wurde Melsens Verfahren Veranlassung, dass ich die früher beschlossenen Versuche über die Einwirkung des Aetzkalkes, des Aetzkalis und des kohlen-sauren Kalis auf den Zucker nun wirklich anstellte.

Diese Versuche sind bereits von mir veröffentlicht worden; ihre Resultate aber mussten mich nothwendig veranlassen, auch darüber Versuche anzustellen: ob sich die Alkalien des Rübensaftes nicht schon bei der Scheidung durch Zusatz einer Säure unschädlich machen liessen. Zu diesem Zwecke schien mir unter allen Säuren nur die Chlorwasserstoffsäure geeignet, weil das Chlor derselben mit den Alkalien zu Chlorverbindungen wird, welche Verbindungen ihr Chlor an den Kalk auf keine Weise abtreten.

Um hierüber jedoch in Beziehung auf den Zucker Gewissheit zu haben, wurden folgende Versuche angestellt:

100 Grm. Zucker,	
4 „	gebrannter Marmor,
5,301 „	Chlorcalcium,
295,274 „	Wasser

*) Ob die hier aufgeführte Parapectinsäure Parapectinsäure sei, oder eine ihr ähnliche Säure, in welchem Falle ich sie Runkel-rübensäure nennen würde, darüber zu entscheiden bin ich noch mit Versuchen beschäftigt.

**) S. d. Nachschrift zu dieser Abhandlung.

wurden vorsichtig gemischt, unter fortwährendem Umrühren bis 70° R. erwärmt; hierauf bis zu 93° R. eingekocht.

Das Eingekochte wurde in Wasser gelöst, diese Auflösung durch Wasser auf das frühere Gewicht gebracht, filtrirt. Das Filtrat erschien in der Polarisationsröhre gelblich gefärbt, hatte bei

13° C.

1,1301 spec. Gewicht

und polarisirte im Apparate von Mitscherlich 36,5° rechts.

281,240 Grm. wurden mit Kohlensäure gefällt. Nach der Fällung wurde die Flüssigkeit aufgeköcht, nach dem Erkalten durch Wasser auf das Gewicht von 283,416 Grm. gebracht, filtrirt. Die so gewonnene Flüssigkeit hatte bei

13° C.

1,11645 spec. Gewicht,

war in der Polarisationsröhre fast wasserhell und polarisirte im Apparate von M. 39° rechts, zeigte also die Polarisation einer Auflösung von 1 Theile Zucker in 3 Theilen Wasser. Aus diesem Versuche geht hervor, dass eine Auflösung von Zucker, Aetzkalk und Chlorkalium im Wasser, wenn sie gekocht wird, ebenso wenig Zersetzungen erleidet, wie eine Auflösung von Aetzkalk, Zucker und Wasser, wenn diese gekocht wird.

Nach dieser Erfahrung wurde am 11. Januar 1850 zu Versuchen mit Rübensaft geschritten. Bei diesen Versuchen bin ich davon ausgegangen, dass bei Anwendung von etwa 10 p. C. Knochenkohle aus Rübensaft ein guter Hutzucker vorzugsweise dann gewonnen wird, wenn der Saft nach der Scheidung mit dem in ihm zurückbleibenden freien Kalke und den freien Alkalien eine Zeit lang gekocht und erst hierauf mit Kohlensäure neutralisirt wird. Demgemäss richtete ich meine Versuche zunächst mit dahin, zu ermitteln, ob durch Kochen eines mit der nöthigen Menge Salzsäurezusatz geschiedenen Saftes mit dem in ihm verbleibenden freien Aetzkalk in diesem Saft die zur Gewinnung eines guten Hutzuckers nothwendigen Veränderungen in dem Maasse hervorgebracht würden, wie diess durch das Kochen des gewöhnlich geschiedenen Rübensaftes bei der Gegenwart von Aetzkali und Aetzkalk geschieht.

Ich will diese Versuche hier nicht in chronologischer Ordnung,

sondern in einer Reihenfolge auführen, die eine leichte Uebersicht der Resultate gestattet.

A. Drei Rüben wurden zerrieben und ausgepresst. Der Saft hatte bei 14° C. ein spec. Gewicht von 1,060 und polarisirte nach dem Verfahren von M. $19,9^{\circ}$ rechts, enthielt also 12,97 p. C. Zucker.

500 Grm. dieses Saftes wurden mit 12,6 Grm. Kalkmilch, die 2,5 Grm. Kalk enthielt, geschieden.

Nachdem der Saft erkaltet war, wurde sein Gewicht durch Zusatz von Wasser auf 502,5 Grm. gebracht, hierauf wurde filtrirt. Das Filtrat war dunkel gefärbt und zur Polarisation nicht brauchbar. 375 Grm. des Filtrats wurden bis auf $\frac{1}{3}$ eingedickt.

105 Grm. des eingedickten Saftes wurden mit Wasser verdünnt und mit Kohlensäure, bis alles Ausgeschiedene wieder aufgelöst war, behandelt. Hierauf wurde die Flüssigkeit aufgeköcht, während des Kochens mit 31 Grm. Knochenkohle versetzt und zum Erkalten hingestellt. Nach dem Erkalten wurde das Gewicht der Masse durch Zusatz von Wasser bis auf 315 + 31 Grm. = 346 Grm. gebracht; endlich wurde filtrirt. Bei $13\frac{1}{2}^{\circ}$ C. hatte es ein spec. Gewicht von 1,0567 und polarisirte im M.'schen Apparate 18° rechts, enthielt demnach 11,74 p. C. Zucker.

200 Grm. dieses Saftes kochten gut bis 95° R. und gaben mit kohlensaurem Kali keinen Niederschlag. Dieser Versuch zeigte:

1. Dass der Rübensaft, wenn er auf die gewöhnliche Weise geschieden, bis auf $\frac{1}{3}$ mit dem Kalke und den Aetzkalkalien eingekocht, dann aber mit Kohlensäure vom Kalke befreit und über 10 p. C. Knochenkohle filtrirt wird, neben der Umwandlung derjenigen Substanzen, welche ein schlechtes Kochen des Saftes in dem Falle veranlassen, dass der Saft sofort mit Knochenkohle gefällt, bis zu $\frac{1}{3}$ eingekocht und nun über 10 p. C. Knochenkohle filtrirt wird, eine Umwandlung des Zuckers in dem Maasse erleidet, dass von den im Saft befindlichen 12,97 p. C. Zucker nur noch 11,74 p. C. vorhanden bleiben, so dass bei dieser Behandlung 1,23 p. C. des Saftes an Zucker verloren gehe.

2. Dass demnach bei der obigen Behandlung *nicht mehr Zucker verloren gehe, als dem Verluste bei der Scheidung entspricht.*

3. Dass bei der obigen Behandlung der Saft eine Färbung annimmt, die schwer durch Knochenkohle beseitigt werden kann.

4. Dass in einem auf die angegebene Weise behandelten Saft kein organisches Kalksalz vorhanden ist.

B. Aus 3 zerriebenen Rüben wurde der Saft ausgepresst. Dieser Saft hatte bei 14° C. ein spec. Gewicht von 1,060 und polarisirte nach M. 19,9° rechts, enthielt demnach wiederum 12,97 p. C. Zucker.

500 Grm. Saft wurden mit 15 Grm. Kalkmilch, die 3 Grm. Kalk enthielten und denen 1 Grm. Chlorwasserstoffsäure hinzugefügt worden war, die ein spec. Gewicht hatte von 1,120, die demnach 0,2345 Grm. reinen Chlorwasserstoff enthielt, demnach 0,188 Grm. Kalk oder auch 0,315 Grm. Kali sättigte und dadurch 0,371 Chlorcalcium oder 0,498 Chlorkalium bildete, also mit 0,371 Chlorcalcium und mit 2,812 Aetzkalk geschieden. Das Geschiedene wurde, nachdem es erkaltet war, durch Zusatz von Wasser auf 503,183 Grm. Gewicht gebracht und nun filtrirt. Das Filtrat war zur Polarisation nicht brauchbar. 384 Grm. des Filtrats wurden bis zu 128 Grm., also bis zum dritten Theile, eingedickt. 106,66 Grm. der eingedickten Masse wurden mit Wasser verdünnt, diese Auflösung wurde so lange mit Kohlensäure behandelt, bis alles Gefällte wieder aufgelöst war. Hierauf wurde die Flüssigkeit aufgekocht, in die kochende Flüssigkeit 32 Grm. Knochenkohle gegeben, diess Gemisch zum Erkalten hingestellt, nach dem Erkalten durch Wasser auf das Gewicht von $320 + 32 = 352$ Grm. gebracht, zuletzt filtrirt.

Das Filtrat war weniger gelblich gefärbt, als das Filtrat des vorigen Versuches, hatte bei einer Temperatur von 12° C. ein spec. Gewicht von 1,0566 und polarisirte nach M. 18½° rechts, enthielt demnach 12,07 p. C. Zucker.

250 Grm. wurden eingedickt, sie kochten sehr gut bis 95° R. Mit kohlensaurem Kali wurde in der verkochten Masse kein Niederschlag hervorgebracht.

Dieser Versuch zeigte:

1. Dadurch, dass der Saft nach der Behandlung mit Knochenkohle eine geringere gelbliche Färbung besass, als der Saft im vorhergehenden Versuche, dass die gewöhnlichen Zersetzungen, welche der geschiedene Saft beim Einkochen erleidet, hier in geringerem Maasse stattgefunden hatten.

2. Dass die geringeren Zersetzungen des geschiedenen Rübensaftes begleitet gewesen waren, neben der Erscheinung eines guten Verkochens, mit dem Vorhandensein einer grösseren Menge Zucker, indem von den 12,97 p. C. Zucker im Saft in der aus ihm erhaltenen über Kohle filtrirten Flüssigkeit noch 12,07 p. C. vorhanden waren, woraus sich nur eine Zerstörung von Zucker im Betrage von 0,90 p. C. des Saftes ergibt.

3. Dass in dem auf die angegebene Weise behandelten Saft, wie in dem Saft des vorigen Versuches, kein organisches Kalksalz vorhanden gewesen war.

C. Drei Rüben wurden zerrieben und ausgepresst. Der erhaltene Saft hatte bei 14° C. Temperatur ein spec. Gewicht von 1,060 und polarisirte nach M. 19,9° rechts, enthielt also wieder 12,97 p. C. Zucker.

500 Grm. dieses Rübensaftes wurden mit 15 Grm. Kalkmilch, die 3 Grm. Kalk enthielten und denen 2 Grm. Chlorwasserstoffsäure hinzugefügt worden waren, also mit 2,624 Grm. Kalk und 0,742 Grm. Chlorcalcium geschieden. Nach dem Erkalten wurde das Gewicht der geschiedenen Masse durch Zusatz von Wasser auf 503,366 Grm. gebracht und nun filtrirt. Das Filtrat war zur Polarisation nicht brauchbar. 385 Grm. der filtrirten Flüssigkeit wurden bis auf 128 $\frac{1}{3}$ Grm. eingekocht. 113,826 Grm. der eingekochten Masse wurden mit Wasser verdünnt und mit Kohlensäure so lange behandelt, bis alles Gefällte sich wieder aufgelöst hatte. Hierauf wurde die Flüssigkeit aufgekocht, mit 34 Grm. Knochenkohle versetzt und zum Erkalten hingestellt. Nach dem Erkalten wurde das Gewicht des Gemenges, indem Wasser hinzugesetzt wurde, auf 341,487 Grm. + 34 Grm. = 375,487 Grm. gebracht und nun filtrirt.

Das Filtrat war wasserhell, hatte bei einer Temperatur von 12 $\frac{1}{2}$ ° C. ein spec. Gewicht von 1,0582 und polarisirte nach M. 19° R., enthielt also 12,38 p. C. Zucker.

200 Grm. dieses Filtrats kochten sehr gut bis zu einer Temperatur von 95° R. Nachdem das Eingekochte wieder in

Wasser aufgelöst war, gab es mit kohlensaurem Kali gefällt 0,058 Grm. kohlensauen Kalk, so dass 500 Grm. 0145 Grm. kohlensauen Kalk gegeben haben würden.

Dieser Versuch zeigte:

1. Dass bei einem Zusatze von 0,742 Th. Chlorcalcium auf 500 Th. Rübensaft und einer Menge Kalk, wie sie gewöhnlich zum Scheiden des Saftes angewendet wird, ein gutes Verkochen des Saftes stattfinden könne, wenn die Verkochung des Saftes vor Anwendung der Kohlensäure bis zu $\frac{1}{3}$ der Saftmenge fortgeführt werde.

2. Dass bei diesem Versuche die Zersetzungen nicht vor sich gegangen waren, welche beim Verkochen des Saftes bei der gewöhnlichen Art zu scheiden vor sich gehen.

3. Dass dabei eine viel geringere Menge von Zucker zerstört worden war, indem von dem im Saft befindlichen 12,97 p. C. Zucker in dem verkochten Saft noch 12,38 p. C. vorhanden waren und demnach der Verlust an Zucker nur 0,59 p. C. vom Saftquantum betragen hatte.

4. Dass in 500 Theilen eines Saftes, der auf die angeführte Weise geschieden, verkocht, mit Kohlensäure gefällt und über Knochenkohle filtrirt worden ist, sich noch ein Kalksalz befindet im Werthe von 0,145 Theilen kohlensaurem Kalk.

D. Der Saft aus 3 zerriebenen Rüben wurde ausgepresst. Bei 8° C. hatte derselbe ein spec. Gew. von 1,0615 und polarisirte nach M. 19,9° rechts, er enthielt demnach wieder 12,97 p. C. Zucker.

500 Grm. dieses Saftes wurden mit 15 Grm. Kalkmilch, die 3 Grm. Aetzkalk enthielten und denen 3 Grm. Chlorwasserstoffsäure hinzugefügt worden waren, also mit 2,346 Grm. Kalk und 1,113 Grm. Chlorcalcium geschieden.

Nach dem Erkalten wurde die Masse im silbernen Kessel auf 503,549 Grm. Gewicht gebracht, indem Wasser hinzugesetzt wurde und hierauf filtrirt.

400 Grm. des Filtrats wurden bis zu 133 $\frac{1}{3}$ Grm. eingedickt. Das Eingedickte wurde in 266,666 Grm. Wasser gelöst, mit Kohlensäure behandelt, bis alles Gefällte wieder aufgelöst war. Diese Flüssigkeit wurde aufgekocht und mit 40 Grm. Knochenkohle versetzt, zum Erkalten hingestellt.

Nachdem die Masse erkaltet und hierauf durch Wasserzusatz auf 440 Grm. Gew. gebracht worden war, wurde filtrirt.

Die filtrirte Flüssigkeit war wasserhell, hatte bei 12° C. ein spec. Gew. von 1,0594 und polarisirte nach M. 19,25° rechts, enthielt demnach 12,55 p. C. Zucker.

300 Grm. liessen sich bis zu 95° R. gut einkochen, gingen aber für die weitere Untersuchung verloren.

Dieser Versuch zeigte:

1, dass bei einem Zusatze von 1,113 Th. Chlorcalcium auf 500 Th. Rübensaft und einer Menge Kalk, wie sie gewöhnlich in den Fabriken zur Scheidung des Saftes genommen wird, ein gutes Verkochen des Saftes erzielt werde, wenn der geschiedene Saft vor Anwendung der Kohlensäure bis zu $\frac{1}{3}$ eingekocht wird;

2, durch die wasserhelle Beschaffenheit des Saftes, dass auch in diesem Versuche im Saft Zersetzungen nicht vor sich gegangen waren, wie sie stets im Saft vor sich gehen, der auf die gewöhnliche Weise geschieden wurde;

3, dass auch in diesem Versuche mit der Vermehrung der Menge des Chlorcalciums, eine Verringerung der Zerstörung des Zuckers eingetreten war, indem von dem im ausgepressten Rübensafte vorhandenen 12,97 p. C. Zucker, im eingekochten und über Kohle filtrirten Saft noch 12,55 Th. vorhanden waren; die Zerstörung von Zucker sich folglich auf eine Zerstörung von $\frac{42}{100}$ p. C. von der Quantität des Rübensaftes beschränkt hatte.

E. Der Saft aus drei Rüben wurde ausgepresst; er hatte bei 10° C. 1,065 spec. Gew. und polarisirte nach M. 20,55° rechts, enthielt also 13,4 p. C. Zucker.

500 Grm. dieses Rübensaftes wurden, wie im vorigen Versuche geschieden und filtrirt.

400 Grm. des Filtrats wurden bis zu 200 Grm. eingedickt, diese Flüssigkeit wurde mit Kohlensäure gefällt, aufgekocht, mit 40 Grm. Knochenkohle versetzt und nach dem Erkalten durch Zusatz von Wasser auf 440 Grm. Gew. gebracht, filtrirt.

Die filtrirte Flüssigkeit war weiss, wie Wasser, polarisirte 19,75 rechts und enthielt demnach 12,88 p. C. Zucker.

350 Grm. dieser Flüssigkeit wurden eingekocht. Bei 90° R. bräunte sich die Flüssigkeit und kochte musig.

Dieser Versuch lehrte, dass bei der angegebenen Art zu

scheiden noch immer eine Substanz vorhanden sei, die, wenn der Saft vor der Neutralisation mit Kohlensäure nur bis zur Hälfte eingekocht werde, nicht zerstört und nicht durch das Filtriren über 10 p. C. Knochenkohle entfernt werde, dass dies aber einträte, wenn der Saft vor der Behandlung mit Kohlensäure bis zu $\frac{1}{3}$ eingekocht werde.

F. Drei Rüben wurden zerrieben und ausgepresst. Der erhaltene Saft hatte bei 8° C. 1,0615 spec. Gew., polarisirte nach M. 19,9° rechts und enthielt demnach 12,97 p. C. Zucker.

500 Grm. dieses Saftes wurden mit 25 Grm. Kalkmilch, die 5 Grm. Aetzkalk enthielten und zu denen 4 Grm. Chlorwasserstoffsäure gegeben worden waren, also mit 1,484 Grm. Chlорcalcium und 4,249 Grm. Aetzkalk geschieden.

Die geschiedene Masse wurde, nachdem sie erkaltet war, durch Zusatz von Wasser auf 503,733 Grm. gebracht und dann filtrirt.

370 Grm. des geschiedenen Saftes wurden bis auf 100 Grm. eingekocht; das Einkochte wurde durch Zusatz von Wasser bis auf das Gewicht von 370 Grm. gebracht; aus dieser Flüssigkeit wurde der Kalk mit Kohlensäure gefällt; die so behandelte Flüssigkeit wurde gekocht; zu der kochenden Flüssigkeit wurden 37 Grm. Knochenkohle gegeben und die Flüssigkeit zum Erkalten hingestellt. Nachdem die Flüssigkeit erkaltet war, wurde ihr Gewicht durch Zusatz von Wasser auf 407 Grm. gebracht und nun filtrirt. Die filtrirte Flüssigkeit war wasserhell, ihre Polarisation verunglückte.

200 Grm. der Flüssigkeit kochten bis 95° R. gut. Die eingekochte Masse wurde verkohlt, die Kohle wurde mit Wasser ausgelaugt und hierauf eingeäschert. Die Asche wog 0,664 Grm. auch sie wurde mit Wasser ausgelaugt und die erhaltene Lauge zu der aus der Kohle erhaltenen gegeben.

Der Rückstand von der Behandlung mit Wasser war kohlensaurer Kalk wog gegläht 0,435 Grm., so dass 500 Grm. Saft 0,750 Grm. kohlensauren Kalk gegeben hätten.

Die durch obiges Verfahren gewonnene Lauge wurde verdampft; der Rückstand gegläht. Dieser Rückstand wog 1,416 Grm. In Wasser gelöst und mit Chlорcalcium gefällt gab er 0,140 Grm.

geglühten kohlensauen Kalk, so dass 500 Grm. Saft durch eine gleiche Behandlung 0,241 kohlensauen Kalk gegeben hätten.*)

Nachdem die von kohlensaurem Kalke getrennte Flüssigkeit durch Ammoniak und Oxalsäure vom überschüssig zugesetzten Chlorcalcium befreit worden war, wurde sie eingedickt und der Rückstand geglüht. Der geglühte Rückstand, an Gewicht 1,416 Grm. wurde in Wasser gelöst, die Lösung filtrirt. Auf dem Filter blieben 0,009 Grm. Kieselsäure, so dass aus 290 Grm. in Untersuchung genommener Flüssigkeit 1,407 Grm. alkalischer Chlorverbindungen erhalten worden waren.

0,968 Grm. der Chlorverbindungen gaben mit Natriumplatinchlorid 2,161 Grm. Kaliumplatinchlorid.

Jene 1,407 Grm. Chlorverbindungen bestanden hiernach aus 0,960 Grm. Chlorkalium und 0,447 Grm. Chlornatrium.

Da diese Chlorverbindungen aus 290 Grm. Saft erhalten worden waren, so würden 500 Grm. Saft

1,655 Grm. Chlorkalium und

0,771 „ Chlornatrium

Summa 2,426 Grm. Chloralkalien gegeben haben, in welchen und zwar:

im Chlorkalium 0,783 Grm. Chlor,

im Chlornatrium 0,465 „ „

Summa 1,248 Grm. Chlor

würden enthalten gewesen sein.

500 Grm. Rübensaft aus Rüben derselben Sorte wurden mit Salpetersäure sauer gemacht; hierauf bis 100° C. erhitzt, filtrirt und das Filter gut ausgewaschen. Die filtrirte Flüssigkeit gab mit salpetersaurem Silber 0,545 Grm. Chlorsilber und zeigte also, dass von den erhaltenen Chloralkalien 0,283 Grm. Chlorkalium oder von dem erhaltenen Chlor 0,135 Grm. bereits in 500 Grm. Rübensaft enthalten sind.

Die so eben beschriebenen Versuche lehrten:

1. Durch das gute Verkochen des Saftes, dass die zu einem guten Verkochen nöthige Veränderung in ihm vorgegangen war.

2. Durch die wasserhelle Beschaffenheit des Saftes nach der Filtration über Knochenkohle, dass in ihm die Zersetzungen nicht

*) Ich bedaure bei diesem Versuche, nicht auf einen Gehalt an Phosphorsäure und Schwefelsäure Rücksicht genommen zu haben.

stattgefunden hatten, welche beim Verkochen von Rübensaft stattfinden, der auf die gewöhnliche Weise geschieden wurde.

3. Durch die Gegenwart des kohlen-sauren Kalis in der verkochten Masse, dass durch den Zusatz von 4 Grm. Chlorwasserstoffsäure zu 500 Grm. Rübensaft doch noch nicht alle Alkalien des Saftes in Chloralkalien verwandelt werden.

Nähere Betrachtungen über die bis dahin angestellten Versuche.

Die bis dahin angestellten Versuche geben zu folgenden Betrachtungen Veranlassung:

1. In einem Rübensafte, der gehörig gewonnen und auf die gewöhnliche Weise geschieden wurde, ist nach der Verkochung des Saftes bis auf $\frac{1}{3}$ Theil der ausreichenden Behandlung mit Kohlensäure und der Filtration über 10 p. C. Knochenkohle, kein organisches Kalksalz vorhanden.

Mit andern Worten, die Säuren, welche im Rübensafte, nach der gewöhnlichen Scheidung und Verkochung bis auf $\frac{1}{3}$ Theil, zurückbleiben, werden vollkommen durch die Alkalien des Rübensaftes gesättigt.

2. Dieselbe Erscheinung findet statt, wenn dem Rübensafte auf 500 Theilen Saft 1 Theil Chlorwasserstoffsäure von 1,12 spec. Gew. (0,371 Chlorcalcium) zugesetzt wird. Auch in diesem Falle reicht die durch das Hinzuführen von Chlor verringerte Menge der Alkalien des Rübensaftes noch vollkommen hin, die Säuren zu sättigen, welche im Rübensafte nach seiner Scheidung mit obigem Zusatze und seiner Verkochung bis zu $\frac{1}{3}$ Theil enthalten sind.

3. Werden dem Rübensafte bei der Scheidung mit dem Kalk auf 500 Th. Saft 2 Th. Chlorwasserstoffsäure an Kalk gebunden (0,742 Th. Chlorcalcium) hinzugesetzt, so reicht die durch den Zusatz von Chlor verringerte Menge der Alkalien nicht mehr hin, die in dem mit obigen Zusatze geschiedenen und bis auf $\frac{1}{3}$ Theil verkochten Rübensafte enthaltenen Säuren zu neutralisiren, die nicht neutralisirten Säuren treten an den Kalk und dieser an die Säuren getretene Kalk wird nicht durch die Kohlensäure niedergeschlagen.

4. Jemehr Chlorwasserstoffsäure an Kalk gebunden (Chlorcalcium) dem Rübensafte zugeführt wird, eine um so grössere Quantität an organischen Säuren befindet sich im Rübensafte

nach seiner Scheidung, Verkochung bis auf $\frac{1}{3}$ Theil und Fällung mit Kohlensäure an Kalk gebunden, während sich dabei die Menge der pflanzensauren Alkalien vermindert und die Menge der Chloralkalien vermehrt.

5. In dem Versuche C. hätten aus 500 Th. Rübensaft, der mit 2 Th. an Kalk gebundener Chlorwasserstoffsäure (0,742 Th. Chlorcalcium) geschieden wurde, nach seiner Verkochung bis auf $\frac{1}{3}$ Th., Fällung mit Kohlensäure und Filtration über Knochenkohle durch kohlensaures Kali 0,145 Th. kohlensaurer Kalk gewonnen werden können. Für 0,145 Th. kohlensaurer Kalk sind ein Aequivalent 0,105 Th. Chlorwasserstoff und diese sind enthalten in 0,431 Th. Chlorwasserstoffsäure von 1,12 spec. Gew.

Da nun von den im verkochten Saft befindlichen Kalksalzen durch die Filtration über Kohle ein Theil hinweggenommen sein musste: so folgt aus obiger Bestimmung, der bei dem Verfahren im Versuche C. aus 500 Theilen Rübensaft gewinnbaren Kalkmenge, dass die freien Alkalien in einer durch die Scheidung aus 500 Th. Rübensaft zu gewinnenden Saftmenge, wenn sie bis zu $\frac{1}{3}$ eingekocht worden ist, vollständig durch 2 Th. weniger 0,431 Th. Chlorwasserstoffsäure von 1,12 spec. Gew., also durch 1,569 Th. Chlorwasserstoffsäure (durch 0,582 Th. Chlorcalcium) müssen in Chloralkalien verwandelt werden können.

6. In den Versuchen unter F. hätten aus der Kohle von 500 Th. Rübensaft, nachdem dieselben mit einem Zusatze von 4 Th. an Kalk gebundener Chlorwasserstoffsäure (1,484 Th. Chlorcalcium) geschieden, eingekocht, mit Kohlensäure gefällt, über Knochenkohle filtrirt und verkohlt worden waren, an kohlensauren Alkalien im Werthe von 0,333 Th. kohlensaurem Kali gewonnen werden können, ungeachtet gewiss auch hier ein Theil der alkalischen Salze in der Knochenkohle verblieben war. Hieraus folgt, da 0,333 Th. kohlensaures Kali zur Verwandlung in Chlorkalium 0,175 Chlorwasserstoff, gleich 0,719 Chlorwasserstoffsäure von 1,12 spec. Gew. erfordern, dass um möglichst alle Alkalien im Rübensafte in Chlorverbindungen zu verwandeln, 500 Th. Rübensaft, ohne alle Gefahr, diese Absicht zu überschreiten, $4 + 0,719 = 4,719$ Th. Chlorwasserstoffsäure von 1,12 spec. Gew. (1,751 Th. Chlorcalcium) hinzugesetzt werden können.

7. Durch den Zusatz von Chlorwasserstoffsäure in Verbin-

dung mit Kalk (des Chlorcalciums) kann Chlorcalcium nur dann in den Rübensaft gelangen und dadurch ein Feuchtwerden des Zuckers veranlassen, wenn man dem Rübensafte mehr Chlorcalcium als auf 500 Th. Rübensaft 1,751 Th. Chlorcalcium hinzusetzt.

8. Nach den Versuchen unter F. können aus 500 Th. Rübensaft 2,426 Grm. Chloralkalien, die 1,248 Grm. Chlor enthalten, gewonnen werden.

Nach den Versuchen unter F. sind in 500 Th. Rübensaft an Chlor, welches an die Alkalien gebunden ist, vorhanden:

0,535 Grm. Chlor.

Zu diesem Chlor waren nach den Versuchen unter F. auf 500 Th. Rübensaft zur Bildung der erhaltenen Chloralkalien an die Alkalien im Saft abgegeben:

0,170 Grm. Chlor durch das Chlorcalcium und

0,947 Grm. Chlor durch die hinzugesetzte Chlorwasserstoffsäure. Diese Quantitäten Chlor geben in Summa 1,252 Grm. Chlor, welche Summe mit der in den Chloralkalien berechneten Quantität Chlor im Betrage von 1,248 Grm. sehr gut übereinstimmt.

9. In allen Versuchen, bei denen zur Scheidung von 500 Th. Saft 2 Th. an Kalk gebundener Chlorwasserstoffsäure (0,742 Th. Chlorcalcium) und darüber genommen worden sind, hatte der eingekochte, mit Kohlensäure gefällte und über Knochenkohle filtrirte Saft eine wasserhelle Beschaffenheit. Dies ist bei der Menge Knochenkohle, die angewendet wurde, nie der Fall, wenn die Scheidungen auf dem gewöhnlichen Wege ausgeführt worden sind. Diese Erscheinung spricht dafür, dass bei der Verarbeitung des Rübensaftes auf Zucker durch jene Zusätze von Chlorcalcium bei der Scheidung des Rübensaftes Zersetzungen verhindert werden, die, wenn der Saft ohne diesen Zusatz oder mit einer zu geringen Menge dieses Zusatzes geschieden wurde, vor sich gehen und eine Färbung des Saftes zur Folge haben, welche durch den angegebenen Zusatz von Knochenkohle nicht beseitigt wird.

10. Der Nutzen des Chlorcalciums zur Verhinderung der Zerstörung von Zucker bei der Scheidung des Rübensaftes möchte durch die vorstehenden Versuche als erwiesen zu betrachten sein und es möchte sogar nach diesen Versuchen, das in A.,

wo 50 Theile Rübensaft ohne Zusatz von Chlorcalcium geschieden worden sind, an Zucker

1,23 p. C. vom Saft verloren gegangen sind,

in B., wo 500 Theile Rübensaft mit 0,371 Chlorcalcium geschieden worden sind, an Zucker

0,90 p. C. vom Saft verloren gegangen sind,

in C., wo 500 Theile Rübensaft mit 0,742 Chlorcalcium geschieden worden sind, an Zucker

0,58 p. C. vom Saft verloren gegangen sind,

in D., wo 500 Theile Rübensaft mit 1,113 Chlorcalcium geschieden worden sind, an Zucker

0,42 p. C. vom Saft verloren gegangen sind,

scheinen, als wenn mit der Grösse dieses Zusatzes bei der Scheidung des Rübensaftes die Quantität des zersetzten Zuckers im Rübensaft sich verringere und demnach bei dem grösstmöglichen Zusatze am geringsten sein müsste.

Fortsetzung der Versuche.

Zufolge dieser Betrachtung wurden noch folgende Versuche angestellt:

Drei Rüben wurden zerrieben und ausgepresst. Der Saft hatte bei 16° C. Temperatur 1,0632 spec. Gewicht und polarisirte nach

S. 46,66 p. C. = 12,17 p. C. Zucker,

M. 18,88° rechts = 12,31 p. C. Zucker.

500 Grm. Saft wurden mit 1,75 Grm. Chlorcalcium und zwei Grm. Kalk durch Aufkochen geschieden. Nach dem Erkalten wurde die Masse auf 503,75 Grm. Gewicht gebracht, filtrirt.

400 Grm. des Filtrats wurden bis auf 200 Grm. eingekocht. Das Einkochte wurde mit Kohlensäure behandelt, nach dieser Behandlung aufgekocht; nachdem es erkaltet war, durch Wasser auf 400 Grm. Gewicht gebracht, mit 10 p. C. Knochenkohle vermischt, filtrirt. Das Filtrat war wasserhell, hatte bei 17½° C. 1,0590 spec. Gewicht und polarisirte nach

S. 46,5 p. C. = 12,13 p. C. Zucker,

M. 19° rechts = 12,33 p. C. Zucker,

300 Grm. wurden eingekocht; sie kochten musig.

Aus diesem Versuche folgte:

1) Die Bestätigung, dass bei dem zulässig grössten Zusatze von Chlorcalcium bei der Scheidung bei dieser und dem Verkochen des Saftes kein Zucker zerstört werde.

2) Aus dem schlechten Verkochen des Saftes in diesem Versuche, in welchem der geschiedene Saft vor Anwendung der Kohlensäure nur bis zur Hälfte eingekocht worden war, die Bestätigung des Resultates des Versuches E., dass der Saft schlecht koche, wenn er vor der Behandlung mit Kohlensäure nur bis zur Hälfte eingekocht werde und des daraus gezogenen Schlusses, dass der Saft in früheren Versuchen, wo er vor der Anwendung der Kohlensäure bis zu ein Drittel eingekocht worden war, Veränderungen müsse erlitten haben, die ein gutes Verkochen des Saftes zur Folge haben.

Aus dieser bestätigten Erfahrung entstand nun die Frage: wie kocht der Saft, wenn er gleich nach der Scheidung mit Kohlensäure niedergeschlagen und über Kohle filtrirt wird?

Zur Beantwortung dieser Frage wurden drei Rüben zerrieben und ausgepresst. Der Saft hatte bei 12° C. 1,0631 spec. Gewicht und polarisirte nach

S. 51,1 p. C. = 13,3 p. C. Zucker,

M. 20,55° rechts = 13,4 p. C. Zucker.

500 Grammen Saft,

1,75 „ Chlorcalcium,

2 „ Kalk wurden durch Aufkochen geschieden, nach dem Erkalten auf 503,75 Grm. Gewicht gebracht, filtrirt.

330 Grm. des Filtrats wurden mit Kohlensäure gefällt, aufgekocht, mit 10 p. C. Knochenkohle versetzt, nach dem Erkalten auf 363 Grm. Gewicht gebracht, filtrirt.

Das Filtrat polarisirte nach

S. 51 p. C. = 13,3 p. C. Zucker,

M. 20° rechts = 13 p. C. Zucker.

300 Grm. kochten sehr gut bis zu 95° R. Die Zucker-
masse hatte eine nur gelbliche Färbung, war durchaus nicht
sauer, sondern vielmehr alkalisch und krystallisirte leicht; zeigte
daher alle Eigenschaften einer Raffinadezuckermasse. Sie war
selbst nach Jahresfrist alkalisch.

Dieser Versuch zeigte:

1) Dass durch den als zulässig angegebenen grössten Zu-

satz von Chlorcalcium bei der Scheidung bei dieser eine Zerstörung von Zucker verhindert werde.

2) Dass, wenn der Saft gleich nach der Scheidung mit Kohlensäure gefällt, und über Kohle filtrirt werde, entweder neben dem kohlensauren Kalk eine Substanz niedergeschlagen oder beim Filtriren über Kohle von dieser aufgenommen werden müsse, die wenn man sie mit dem Kalke koche, ein anhaltendes Kochen nöthig mache, damit nicht nach der Fällung des Saftes mit Kohlensäure und dem Filtriren über Knochenkohle ein schlechtes Verkochen des Saftes stattfindet.

Nach diesem Resultate beschloss ich zu ermitteln, ob und welche Unterschiede eintreten, je nachdem die Scheidung mit Chlorcalcium bei einer Temperatur von 80° R. oder bei einer Temperatur von 70° R. bewirkt werde.

Drei Rüben wurden zerrieben und ausgepresst. Der Saft hatte bei $17\frac{1}{2}^{\circ}$ C. 1,0615 spec. Gewicht und polarisirte nach M. in dem Instrumente von

S. $47,77$ p. C. = $12,4$ p. C. Zucker,

M. $18,9^{\circ}$ rechts = $12,3$ p. C. Zucker.

500 Grm. Rübensaft,

1,75 „ Chlorcalcium,

2,5 „ Aetzkalk

wurden gemischt und bis 70° R. erwärmt. Nach dem Erkalten wurde das Gemisch auf 504,25 Grm. Gewicht gebracht, durch Zusatz von Wasser, hierauf filtrirt. 400 Grm. wurden mit Kohlensäure gefällt, aufgekocht, nach dem Erkalten durch Wasser auf 400 Grm. Gewicht gebracht, mit 40 Grm. Kohle versetzt, filtrirt.

Das Filtrat hatte bei 20° C. 1,057 spec. Gewicht und polarisirte nach

S. $47,5$ p. C. = $12,39$ p. C. Zucker,

M. $18,8^{\circ}$ rechts = $12,25$ p. C. Zucker,

es kochte sehr gut und gab eine nur gelblich gefärbte alkalische Zuckermasse.

Aus diesem Versuche war zu schliessen, dass zwischen beiden Arten der Scheidung wohl keine wesentlichen Unterschiede vorhanden wären. Dennoch beschloss ich die Vorgänge in beiden Verfahrensarten näher festzustellen. Ausserdem bestätigte der vorstehende Versuch, dass durch den als zulässig

berechneten grössten Zusatz von Chlorcalcium jede Zerstörung von Zucker bei der Scheidung verhindert werde, so dass dieser Erfolg von der Anwendung des Chlorcalciums in der angegebenen Menge durch die hier angeführten drei Versuche ausser Zweifel gesetzt zu betrachten war.

Sechs Rüben wurden zerrieben und ausgepresst. Der Saft hatte bei $17\frac{1}{2}^{\circ}$ C. 1,0631 spec. Gewicht und polarisirte nach M. Methode in dem Instrumente von

S. 47,77 p. C. = 12,46 p. C. Zucker,

M. 18,90 rechts = 12,32 p. C. Zucker.

500 Grm. dieses Saftes,

1,76 „ Chlorcalcium,

2 „ Aetzkalk

wurden durch's Aufkochen geschieden. Nach dem Erkalten wurde das Gemisch bis auf 503,75 Grm. Gewicht gebracht und durch zwei in einander gelegte gleich schwere Filter filtrirt. Diese Filter wurden mit dem darin befindlichen Scheideabsatz zwischen Fliesspapier gepresst und über Schwefelsäure getrocknet. Das innere Filter enthielt nach dem Trocknen 9,625 Grm. Scheideabsatz. Die abgelaufene Flüssigkeit wog 394,548 Grm. Sie wurde mit Kohlensäure behandelt, aufgekocht, durch Wasser auf das ursprüngliche Gewicht gebracht und durch ein gewogenes Filter filtrirt. Was auf dem Filter zurückgeblieben war, wurde ausgesüsst. Das Süsswasser wurde fortgegossen. Der Rückstand auf dem Filter wurde in concentrirtem Essig gelöst, es blieb nur Eiweiss auf dem Filter, das getrocknet 0,008 Grm. wog, was für (503,75 Grm. — 9,625 Grm.) 494,125 Grm. 0,010 Grm. Eiweiss gegeben hätte.

Die Auflösung in concentrirtem Essig wurde durch Ammoniak und Oxalsäure gefällt. Durch's Glühen wurde aus diesem Niederschlag 1,238 Grm. kohlensaurer Kalk erhalten, was auf 494,125 Grm. Saft 1,550 Grm. kohlensaurer Kalk beträgt, die 0,870 Grm. Aetzkalk enthalten.

50 Grm. der mit Kohlensäure gefällten Flüssigkeit wurden mit Oxalsäure und Ammoniak gefällt, aus diesem Niederschlag wurde durch Glühen 0,470 Grm. kohlensaurer Kalk erhalten; diess giebt für 494,125 Grm. Flüssigkeit 1,678 Grm. kohlensaurer Kalk, welche 0,942 Grm. Aetzkalk enthalten.

317,8 Grm. derselben Flüssigkeit wurden mit 31,78 Grm.

Knochenkohle gemengt, filtrirt. 50 Grm. des Filtrats gaben durch Oxalsäure und Glühen des Niederschlags 0,090 Grm. kohlen-sauren Kalk, so dass bei der Operation des Filtrirens über Knochenkohle 100 Theile Knochenkohle an Kalksalzen aufgenommen hatten im Werthe von 1,600 Theilen kohlen-saurem Kalke.

500 Grm. desselben Rübensaftes,

1,75 „ Chlorcalciums,

2,00 „ Aetzkalk

wurden geschieden durch Erwärmen bis auf 70° R. Nach dem Erkalten wurde das Gewicht des Gemenges durch Wasser bis auf 503,75 Grm. gebracht, hierauf durch zwei in einander gelegte Filter von gleichem Gewichte filtrirt und mit diesen Filtern und dem Scheideabsatze, wie im vorigen Versuche verfahren. Getrocknet wog der Scheideabsatz 9,745 Grm. Die durch die Filter gelaufene Flüssigkeit wog 395,188 Grm. Sie wurde mit Kohlensäure behandelt, aufgeköcht, nach dem Erkalten durch Wasser auf das ursprüngliche Gewicht gebracht, durch ein gewogenes Filter filtrirt. Was auf dem Filter zurückblieb, wurde ausgesüsst. Das Süsswasser wurde fortgegossen. Der Rückstand auf dem Filter wurde in concentrirtem Essig gelöst. Es blieb nur Eiweiss auf dem Filter, welches in demselben Zustand der Trockenheit, als das Eiweiss im vorigen Versuche 0,014 Grm. wog und demnach für $(503,75 - 9,745) = 494,005$ Grm. Flüssigkeit 0,017 Grm. beträgt. Die Auflösung in concentrirtem Essig wurde durch Ammoniak und Oxalsäure gefällt. Aus dem gefällten kleesauren Kalke wurden 1,218 Grm. kohlen-saurer Kalk gewonnen, welches auf 494,005 Grm. 1,523 Grm. kohlen-saurer Kalk beträgt, die 0,854 Aetzkalk enthalten. 50 Grm. des mit Kohlensäure gefällten Rübensaftes wurden mit Oxalsäure und Ammoniak niedergeschlagen. Der Niederschlag gab geglüht 0,150 kohlen-sauren Kalk; 494,005 Grm. würden also 1,482 Grm. gegeben haben, die 0,831 Grm. Kalk enthalten. 320,45 Grm. des Rübensaftes wurden mit 32,045 Grm. Knochenkohle versetzt, filtrirt. 50 Grm. des über Kohle filtrirten Rübensaftes gaben mit Oxalsäure und Ammoniak einen Niederschlag, aus dem durch Glühen 0,070 Grm. kohlen-saurer Kalk erhalten wurden, woraus folgt, dass 100 Theile Knochenkohle an Kalksalzen aufgenommen hatten, im Werthe von 1,60 Theilen kohlen-saurem Kalke.

Die so eben beschriebenen Versuche lehren, dass bei der Scheidung mit Chlorcalcium zwischen der Art, durch Aufkochen zu scheiden und der Art, durch Erwärmung bis 70° R. zu scheiden, folgende Unterschiede stattfinden:

1) Werden 500 Grm. Saft durch Erwärmung bis 70° R. geschieden, so bleiben an Scheideabsatz auf dem Filter 9,745 Grm. Werden 500 Grm. durch Aufkochen geschieden, so bleiben auf dem Filter an Scheideabsatz 9,625 Grm. Bei der ersten Art der Scheidung bleiben 0,120 Grm. an Scheideabsatz mehr auf dem Filter, als bei der zweiten Art, welche für pectinsauren Kalk zu halten sind.

2) Bei der Scheidung bis 70° R. waren beim kohlen-sauren Kalke 0,017 Grm. Eiweiss, bei der Scheidung bis 80° R. 0,010 Grm. Eiweiss. Durch das Aufkochen des Saftes war also mehr Eiweiss ausgeschieden worden.

3) Bei der Scheidung durch das Aufkochen hätte aus 500 Grm. Saft, denen 2,000 Grm. Aetzkalk und im Chlorcalcium 0,885 Grm. Aetzkalk hinzugesetzt waren, durch Fällung der geschiedenen Flüssigkeit mit Kohlensäure, wobei neben dem kohlen-sauren Kalke noch ein anderes Kalksalz ausgeschieden wird, ein Niederschlag gewonnen werden können, der an kohlen-saurem Kalke 1,550 Grm., die 0,870 Grm. Aetzkalk enthalten, gegeben hätte. Bei der Scheidung durch Erwärmung bis 70° R. hätte aus 500 Grm. Rübensaft bei demselben Kalkzusatz aus dem geschiedenen Saft durch Fällung mit Kohlensäure ein Niederschlag gewonnen werden können, der 1,523 Grm. kohlen-sauren Kalk, die 0,854 Aetzkalk enthalten, gegeben hätte. Bei der Scheidung durch das Kochen war also im geschiedenen Saft aus 500 Theilen Rübensaft 0,016 Grm. Kalk mehr, die aus dem Saft durch Kohlensäure gefällt werden können, als in dem Saft aus 500 Theilen Rübensaft, welcher durch Erwärmung zu 70° geschieden wurde.

4) Bei der Scheidung durch das Aufkochen wären in dem mit Kohlensäure gefällten Saft aus 500 Theilen Rübensaft so viel Kalksalze gewesen, dass aus ihnen 0,942 Grm. an Aetzkalk hätte gewonnen werden können; bei der Scheidung durch Erwärmen zu 70° R. wären in dem mit Kohlensäure gefällten Saft aus 500 Theilen Rübensaft nur so viel Kalksalze gewesen, dass aus ihnen nur 0,831 Grm. Kalk hätte gewonnen wer-

den können. Bei ersterer Scheidung waren also ferner 0,111 Grm. Kalk mehr im geschiedenen Saft, als bei der zweiten Art der Scheidung.

5) Nach 1) hatten sich bei der Scheidung durch Aufkochen weniger Kalkverbindungen ausgeschieden als bei der Scheidung durch Erwärmung bis 70° R. Dagegen konnte aus dem durch Aufkochen geschiedenen Saft mehr Kalk sowohl durch Behandlung mit Kohlensäure, als auch durch Behandlung des mit Kohlensäure gefüllten Saftes mit Oxalsäure und Ammoniak gewonnen werden, als aus dem durch Erwärmung bis 70° geschiedenen Saft; es waren hiernach bei der Scheidung durch Aufkochen nach der Behandlung des Saftes mit Kohlensäure mehr organische Säuren im Saft als bei der Scheidung durch Erwärmung bis 70° R.

6) Beim Filtriren über Knochenkohle würden aus dem durchs Kochen geschiedenen Saft im Betrage von 494,125 Grm. an 49,412 Grm. Knochenkohle 942 — 499 = 0,443 Grm. Kalk getreten sein, während aus dem durch Erwärmen geschiedenen Saft im Betrage von 494,005 Grm. an 49,400 Grm. Knochenkohle 831 Grm. — 338 Grm. = 443 Grm. getreten waren. Hiernach würden die aus denselben Mengen Saft durch die Scheidung in beiden Versuchen gewinnbaren Saft-Mengen an ein fast gleiches Gewicht Knochenkohle gleichviel an Kalksalzen absetzen.

7) Aus allen Erscheinungen folgt, dass bei Anwendung von Chlorcalcium die Scheidung durch Erwärmung bis zu 70° einen reinern Saft giebt, als die Scheidung durch das Aufkochen, dass der Unterschied in der Reinheit beider Saftmengen jedoch nicht beträchtlich sei.

Ich beschloss jetzt auch die Vorgänge festzustellen, welche bei dem alten und neuen Verfahren stattfinden.

Drei Rüben wurden zerrieben und ausgepresst. Der Saft hatte bei 10¹/₂° C. 1,074 spec. Gewicht und polarisirte im Apparate von

S. 58,9 p. C. = 15,36 p. C. Zucker,

M 23,9° rechts = 15,58 p. C. Zucker.

500 Grm. Rübensaft wurden mit 2 Grm. Aetzkalk durch Kochen geschieden. Nach dem Erkalten wurde das Gewicht der geschiedenen Masse durch Wasser auf 502 Grm. hergestellt und

diese Flüssigkeit durch zwei in einander gelegte Filter von gleichem Gewichte filtrirt.

Mit den Filtern wurde, wie in den vorstehenden Versuchen verfahren. Nach dem Trocknen über Schwefelsäure betrug das Gewicht der ausgeschiedenen auf dem inneren Filter befindlichen Stoffe 8,860 Grm. 387,3 Grm. der geschiedenen Flüssigkeit wurden mit 1,369 Grm. Chlorcalcium versetzt, hierauf mit Kohlensäure gefällt, aufgekocht, zum Erkalten hingestellt, bis auf 388,669 Grm. gebracht, filtrirt. 372 Grm. der filtrirten Flüssigkeit wurden mit 37,2 Grm. Knochenkohle gemengt, filtrirt. Die Flüssigkeit polarisirte nach

S. 54 p. C. = 14,08 p. C. Zucker,

M. 22° rechts = 14,34 p. C. Zucker.

50 Grm. der über Knochenkohle filtrirten Flüssigkeit gaben mit Oxalsäure 0,057 Grm. kohlensauren Kalk. 100 Grm. würden also 0,114 Grm. an kohlensaurem Kalk gegeben haben. Der Niederschlag durch die Kohlensäure wurde auf dem Filter ausgewaschen und hierauf in concentrirtem Essig gelöst. Auf dem Filter blieben Eiweiss und Pectinsäure.

Die Auflösung des essigsauren Kalkes gab mit Oxalsäure einen Niederschlag, der gegläht 1,521 kohlensauren Kalk hinterliess.

Dieser Versuch zeigte, dass bei der gewöhnlichen Scheidung das im Saft befindliche Pectin an das Kali des Saftes tritt und als pectinsaures Kali im geschiedenen Saft enthalten ist, und bestätigte den Verlust an Zucker bei der gewöhnlichen Art der Scheidung.

Drei Rüben derselben Sorte wurden zerrieben und ausgepresst. Der Saft hatte bei 12½° C. 1,07804 spec. Gewicht und polarisirte nach dem Verfahren von M. im Apparate von

S. 58,9 p. C. = 15,36 p. C. Zucker,

M. 23,9° rechts = 15,58 p. C. Zucker.

500 Grm. Saft, 1,75 Grm. Chlorcalcium, 2 Grm. Aetzkalk wurden durch Aufkochen geschieden, nach dem Erkalten auf 503,75 Grm. Gewicht gebracht und durch zwei in einander gelegte Filter von gleichem Gewichte filtrirt. Die Filter mit ihrem Inhalt wurden, wie früher angegeben ist, behandelt. Nach dem Trocknen über Schwefelsäure wog der auf dem innern Filter befindliche Rückstand 10,305 Grm. 350 Grm. der geschiedenen

filtrirten Flüssigkeit wurden mit Kohlensäure, wie in allen Versuchen, so lange behandelt, bis der entstandene Niederschlag sich wieder aufgelöst hatte, hierauf wurde die Flüssigkeit gekocht und nach dem Erkalten durch Wasser auf das Gewicht von 330 Grm. gebracht, filtrirt.

335,9 Grm. der durchgelaufenen Flüssigkeit wurden mit 33,59 Grm. Knochenkohle versetzt, filtrirt. Die Flüssigkeit polarisirte nach

S. 58,75 p. C. = 15,32 p. C. Zucker,

M. 23,75° rechts = 15,49 p. C. Zucker.

250 Grm. wurden eingekocht; sie kochten gut bis 95° R.

47,25 Grm. des über Kohle filtrirten Saftes wurden mit Oxalsäure gefällt. Der Niederschlag gab gegläht 0,035 Grm. kohlensauren Kalk. 100 Grm. würden also an kohlensaurem Kalk 0,074 Grm. gegeben haben.

Der gefällte kohlensaure Kalk wurde ausgewaschen und in concentrirtem Essig gelöst. Es blieb nur eine geringe Quantität Eiweiss auf dem Filter. Die Auflösung gab mit Oxalsäure einen Niederschlag, der gegläht 1,234 Grm. wog.

Aus diesem Versuche ging Folgendes hervor:

1) Ging aus demselben in Uebereinstimmung mit früheren Versuchen, bei denen die gleiche Menge von Chlorcalcium zur Scheidung verwendet worden war, hervor, dass durch diesen Zusatz und den zugesetzten Kalk die Pectinsäure gänzlich aus dem Saft entfernt werde, und dass folglich das schlechte Verköchen des Saftes in den Versuchen mit beträchtlichen Zusätzen von Chlorcalcium nicht in einem pectinsauren Salze, sondern in einem andern ebenfalls durch das Kochen zerstörbaren Salze gelegen habe.

2) Ging aus der Vergleichung dieses Versuches mit dem Vorstehenden hervor, da in diesem Versuche der Niederschlag von der Scheidung 10,305 Grm. gewogen hatte, während der Niederschlag von der gewöhnlichen Scheidung 8,860 Grm. gewogen hatte, dass bei der Scheidung in diesem Versuche 1,445 Grm. mehr an Scheideabsatz ausgeschieden waren; welcher Mehrbetrag in der Ausscheidung von citronensaurem, pectinsaurem und parapectinsaurem (?) Kalk seinen Grund hat; indem bei der Scheidung unter Anwendung der nöthigen Mengen von Chlorcalcium und Aetzkalk, Citronensäure, Pectinsäure und Para-

pectinsäure (?) ausgeschieden werden müssen, während bei der gewöhnlichen Scheidung selbst bei Anwendung der allergrössten Kalkmengen alle organischen Säuren, die Oxalsäure ausgenommen, beim Kali verbleiben.

3) Entstand aus der Folgerung, dass in dem mit der hinreichenden Menge von Chlorcalcium geschiedenen Rübensafte keine Pectinsäure enthalten sei, die Frage: Was ist das für eine Säure, die wenn der Saft nicht gleich nach der Scheidung mit Kohlensäure gefällt und über Knochenkohle filtrirt wird, ein längeres Kochen des Saftes nöthig macht.

(Fortsetzung folgt.)

N a c h s c h r i f t.

Ich hatte in dem Abdrucke dieser Versuche in der Zeitschrift des Vereins für die Rübenzuckerindustrie im Zollverein das Ammoniak als Bestandtheil des Rübensaftes aufgenommen, habe mich aber jetzt überzeugt, dass das Ammoniak im Rübensafte nicht enthalten ist.

Ende April d. J. erhielt ich bei einem Besuche in Berlin durch die Güte des Hrn. Geheime-Medicinalrath Dr. Mitscherlich Kunde von der durch Hrn. Dr. Sonnenschein gemachten sinnreichenden Anwendung einer Auflösung des molybdänsauren und phosphorsauren Natrons zur Ermittlung des Ammoniaks in einer selbst sauren Flüssigkeit *); auch hatte Hr. Dr. Sonnenschein die Güte mir eine hinreichende Quantität einer solchen Auflösung mitzutheilen. Verschiedene Geschäfte erlaubten mir erst vom 11. Mai ab das Verhalten des Sonnenschein'schen Reagens gegen Rübensaft zu prüfen.

Am 11. Mai 1852 wurden 3 vorsichtig aufbewahrte Rüben zerrieben und ausgepresst. Bei 17° C. hatte der Saft 1,05940 spec. Gewicht, 100 Kubikcentimeter Saft und 10 Kubikcentimeter Bleiessig wurden gemischt auf ein Filter gegeben. Die filtrirte Flüssigkeit polarisirte in dem M. Instrumente 15° rechts; der Rübensaft enthielt demnach 10,7 p. C. Zucker, war also in Beziehung auf die vorjährige Erndte noch von guter Beschaffenheit.

*) Dies. Journ. 56. 302.

100 Grm. des ausgepressten Rübensaftes, 1 Grm. Salpetersäure und 10 Grm. mit Chlorwasserstoffsäure ausgelaugter Knochenkohle wurden gemischt und filtrirt. Die Flüssigkeit ging gut durch das Filter und hatte nur eine schwachbräunliche Färbung.

Von dieser Flüssigkeit wurde gleichviel in 2 Reagirgläser und in das eine dieser Gläser 1 Tropfen einer Salmiakauflösung gegeben; demnächst wurden jedem Glase 10 Tropfen Sonnenschein'scher Probefflüssigkeit hinzugefügt.

In beiden Gläsern entstand kein Niederschlag; nach einiger Zeit wurden in beiden Gläsern die Flüssigkeiten intensiv blau. Es wurde demnach 1 Theil des mit Kohle und Salpetersäure behandelten Rübensaftes mit chloresurem Kali versetzt und mit dieser Flüssigkeit, nachdem sich das chloresure Kali aufgelöst hatte, auf dieselbe Weise, wie oben angegeben worden ist, verfahren.

Auch bei diesen Versuchen entstand in beiden Gläsern sofort kein Niederschlag; aber die Flüssigkeiten färbten sich durchaus nicht blau, sondern wurden je länger sie standen um so weniger gefärbt. Die Flüssigkeit, in welcher kein Chlorammonium war, blieb bis selbst zum 6. Tage vollkommen ohne Niederschlag. Die Flüssigkeit in welcher Chlorammonium war, wurde bald nach Zufügung der Sonnenschein'schen Flüssigkeit durch einen weisslichen Niederschlag getrübt; dieser Niederschlag vermehrte sich bis zum 4. Tage. An diesem Tage erschien der des Ammonium anzeigende gelbe Niederschlag am Boden des Glases in kaum bemerkbarer Menge, vermehrte sich aber bis zum 6. Tage in dem Maasse, dass über seine Natur kein Zweifel obwalten konnte.

Gleichzeitig mit diesen Versuchen wurde aus einem Theile des zur Polarisation mit Bleiessig gefällten und filtrirten Rübensaftes das Blei durch Schwefelsäure gefällt und mit dieser Flüssigkeit dieselben Versuche, wie sie mit dem durch Salpetersäure und Knochenkohle bereiteten Rübensafte angestellt worden waren und in derselben Reihenfolge angestellt.

Bei den ersten beider Versuchen wurde auch diese Flüssigkeit blau; es wurde demnach auch in einem Theile dieser Flüssigkeit chloresures Kali aufgelöst.

Die hierdurch entstandene Flüssigkeit blieb nach dem Zu-

satze des Sonnenschein'schen Reagens sowohl in dem Glase in welchem Chlorammonium war, als auch in dem Glase ohne Chlorammonium beinahe ungefärbt; es bildete sich aber in beiden Gläsern sehr bald eine gelblichweisse Trübung; diese Trübung nahm bis zum dritten Tage in beiden Gläsern auf gleiche Weise an Menge zu, und setzte sich auch auf gleiche Weise am Boden des Glases ab, so dass ein Unterschied in den Flüssigkeiten beider Gläser nicht zu bemerken war; am 3. Tage erschien am Boden des den Salmiak enthaltenden Glases sehr deutlich ein gelber Niederschlag, der sich bis zum 6. Tage in viel bedeutenderer Menge, als in dem mit Salpetersäure und Knochenkohle dargestellten Saft, vermehrte, während die Flüssigkeit in dem andern Glase ohne Chlorammonium so blieb, wie sie am 3. Tage war und namentlich nicht die geringste Spur des charakteristischen gelben Niederschlags zeigte.

Die vorstehenden Versuche wurden vom 16. Mai ab mit dem Saft aus 4 sehr gut erhaltenen Rüben, welche von einer andern Fabrik entnommen worden waren, wiederholt. Es wurden dieselben Resultate erhalten, jedoch mit dem Unterschiede, dass der charakteristische gelbe Niederschlag in den Gläsern, welche Chlorammonium enthielten, bei dem mit Salpetersäure und Knochenkohle behandelten Rübensaft schon am 3. Tage und bei dem mit Blei behandelten Rübensaft schon am 2. Tage erschien, wahrscheinlich in Folge der erhöhten Temperatur der Luft, indem wärmeres Wetter eingetreten war.

Bemerken muss ich noch in Betreff der Erscheinung, dass bei einem gleichen Zusatze von Chlorammonium und Sonnenschein'schem Reagens zum Rübensaft der charakteristische gelbe Niederschlag in viel beträchtlicherer Menge in dem Rübensaft zum Vorschein kam, der mit Blei gefällt worden war, als in dem, welcher mit Salpetersäure und Knochenkohle behandelt worden war, dass diess einfach darin seinen Grund hat, dass in letzterem Saft, der grössere Gehalt an phosphorsauren Salzen der Bildung des gelben Niederschlags hinderlich ist.

Nach diesen Versuchen steht fest, dass Ammoniak in einem gesunden Rübensaft nicht enthalten ist; eine für die Pflanzenphysiologie wichtige Thatsache.
