

der sonst vielfach, auch früher von dem Verfasser, empfohlenen gestielten Glaskugeln, Reagensgläser, die am oberen Drittel zu einer kugeligen Erweiterung aufgeblasen sind, benutzt. Um ein Ueberspritzen bei der Destillation zu vermeiden, setzt er auf den Kolben ein Kugelrohr mit innen nach oben gekrümmtem Ableitungsrohr an, wie es Stutzer und Reitmair*) empfohlen haben, doch lässt er das Ableitungsrohr aussen noch eine Strecke lang sanft aufwärts gehen ehe es mit einer Biegung in den Schlangenkühler übergeht. Als Vorlage benutzt Arnold ein Péligot'sches Rohr.

Zum Vorlegen und Titiren verwendet er $\frac{1}{5}$ oder $\frac{1}{3}$ Normalsäure, respective Normalammoniak und als Indicator Fluoresceïn. Bei diesem dürfen aber keine organischen Säuren, respective keine fixen Alkalien angewandt werden.

b. Bestimmung näherer Bestandtheile.

Die Bestimmung kleiner Invertzuckermengen neben Rohrzucker, speciell in den Producten und Zwischenproducten der Zuckerfabrikation, hat für die Zuckerindustrie eine grosse Wichtigkeit, weshalb sowohl von einzelnen Chemikern, als auch von Vereinigungen der Interessenten diese Frage vielfach bearbeitet worden ist.

In England hat sich vor einigen Jahren eine Versammlung von Chemikern geeinigt direct mit Fehling'scher Lösung zu titiren und zwar entweder nach J. Patterson**), indem man den zu untersuchenden Zucker mit überschüssiger Fehling'scher Lösung kocht und dann mit Invertzuckerlösung von bekanntem Gehalt zurücktitirt***), oder nach J. W. Biggart**), indem man einerseits dem zu untersuchenden Zucker eine gewisse Menge Invertzucker zusetzt und mit Fehling'scher Lösung titirt, andererseits die gleiche Menge Invertzucker ebenfalls mit Fehling'scher Lösung titirt und die Differenz beider Bestimmungen für den in dem zu prüfenden Zucker vorhandenen Invertzucker in Rechnung bringt.

*) Vergl. diese Zeitschrift 25, 582 resp. 316.

**) Dingler's polyt. Journ. 257, 422.

***) Herzfeld gibt in seiner ausführlichen, unten citirten Arbeit über Invertzucker an, dass offenbar nach dieser vorläufigen Prüfung noch ein zweiter und dritter Versuch in der Art ausgeführt werden muss, dass zugleich mit der zu prüfenden Zuckerlösung fast die ganze zur Kupferreduction nöthige Invertzuckermenge gleich von vornherein zugesetzt wird, und dass erst aus diesen beiden Versuchen das Mittel zu ziehen ist.

Um hierbei für die immer eintretende Einwirkung des Rohrzuckers auf die Fehling'sche Lösung eine Correctur herbeizuführen, wird bei der Titrirung der Invertzuckerlösung allein etwas reiner Rohrzucker zugesetzt.

Alexander Herzfeld*) bezeichnet beide Methoden als, wenigstens in ihrer jetzigen Form, unrichtig, die Patterson'sche weil die Titerstellung mit einer rohrzuckerfreien Invertzuckerlösung geschieht und man dadurch dann bei der Titrirung immer einen kleinen Betrag von Invertzucker (auch bei ganz reinem Rohrzucker) findet, die von Biggart weil die erwähnte Correctur doch immer nur ungenau sein kann, indem dieselbe von dem Verhältniss von Invertzucker zu Rohrzucker abhängig ist. Als ein Mangel beider Methoden ist es ferner zu bezeichnen, dass eine bestimmte Kochdauer nicht vorgeschrieben ist.

Ausserdem lässt sich gegen beide Methoden, wie überhaupt gegen jede directe Titrirung des Invertzuckers in Rohrzuckern einwenden, wie namentlich H. Bodenbender**) hervorhebt, dass in den Rohrzuckern noch andere Fehling'sche Lösung reducirende Substanzen als Invertzucker vorhanden sind. Es ergibt sich dies z. B. unzweifelhaft daraus, dass auch in Zuckern, die vorher mit Kalk behandelt wurden, noch Fehling'sche Lösung reducirende Substanzen vorhanden sind, während doch durch den Kalk der Invertzucker zerstört worden sein musste.

Der Verfasser empfiehlt deshalb, um die Verwechslung des Invertzuckers mit diesen anderen Substanzen zu vermeiden, den fraglichen Zucker einmal direct zu titriren und einmal mit Natronlauge***) zu kochen (wobei sich Invertzucker selbst noch bis zu Mengen von 0,05 % durch Braunfärbung zu erkennen gibt) und dann zu titriren. Nur die Differenz beider Titrirungen darf für Invertzucker in Rechnung gebracht werden.

Zur genauen Prüfung auf Invertzucker und zur Feststellung des Gehaltes davon sind dabei folgende Verhältnisse einzuhalten. 10 g Zucker werden in 100 cc Wasser gelöst, hiervon 50 cc unter Zusatz von 2 cc Natronlauge von 1,15 specifischem Gewicht zum Kochen erhitzt und so

*) Dingler's polyt. Journ. **257**, 422. Zeitschrift d. Vereins f. Rübenzuckerindustrie **35**, 967.

) Dingler's polytechn. Journal **257, 420. Chemikerzeitung **9**, 70, 105. Chemisches Centralblatt [3. F.] **16**, 42, 149.

***) Dieselbe darf nicht stärker sein als unten näher angegeben, weil sonst auch der Rohrzucker gebräunt wird.

lange im wallenden Sieden erhalten, bis keine Farbenänderung mehr wahrnehmbar ist; 3—5 Minuten genügen hierzu vollständig. Eine Caramelbildung (durch Anbrennen am Rande) muss vermieden werden. Am besten digerirt man im Erlenmeyer'schen Kolben und vergleicht nach der Wiederherstellung des vorigen Volumens die nunmehrige Färbung der Lösung mit der jener 50 cc, welche von der ursprünglichen Lösung zurückgestellt sind, indem man beide in gleich weite Glascylinder von etwa 4 cm Durchmesser füllt und bei durchfallendem Lichte beobachtet.

Ist die Färbung hierbei eine sehr geringe, so dass sie auf weniger als 0,1 % Invertzucker deutet, so ist der betreffende Zucker als normal zu betrachten, deutet dagegen die Färbung auf mehr Invertzucker so ist bei beiden Flüssigkeiten die Reduktionskraft gegen Fehling'sche Lösung zu bestimmen.

In einer weiteren Veröffentlichung weist Bodenbender*) darauf hin, dass die Fehling'sche Lösung reducirenden, von Invertzucker verschiedenen Stoffe durch Behandlung mit Bleiessig nicht ganz vollständig entfernt werden können.

Zur genauen Bestimmung kleiner Invertzuckermengen neben grösseren Rohrzuckermengen hat E. Meissl**) das von ihm seinerzeit angegebene Bestimmungsverfahren als nicht geeignet bezeichnet.

Alexander Herzfeld***) hat durch eingehende Versuche gezeigt, dass unter Einhaltung bestimmter Versuchsbedingungen die Methode auch für die Bestimmung der doch relativ sehr kleinen Invertzuckermengen in Rohrzuckern anwendbar ist.

Der Verfasser bedient sich einer Fehling'schen Lösung, welche genau nach der Vorschrift von Soxhlet bereitet ist und für die auch die Meissl'sche Tabelle gilt, und wendet zu jeder Bestimmung 50 cc Fehling'sche Lösung (das heisst je 25 cc Kupfer- und Seignettesalznatronlösung) und 50 g der betreffenden Zuckerlösung an. Letztere muss genau 10 g des Rohrzuckers enthalten. Wenn der Rohrzucker durch Bleiessig fällbare Substanzen enthält, so müssen dieselben ausgeschieden und der Bleiüberschuss sodann mit kohlen-saurem oder schwefelsaurem Natron entfernt werden, ehe auf die

*) Chemikerzeitung 10, 22.

**) Vergl. diese Zeitschrift 22, 592.

***) Zeitschrift f. Zucker-Industrie 35, 967.

angegebene Concentration verdünnt wird.*) Nach dem Zusammen-
giessen der Lösungen wird (innerhalb 4 Minuten s. u.) zum Kochen
erwärmt und genau 2 Minuten lang im Sieden erhalten. Hierauf wird,
um eine längere Einwirkung der Fehling'schen Lösung auf den Rohr-
zucker auszuschliessen, sofort mit 100 cc kaltem, luftfreiem, destillirtem
Wasser verdünnt und unter Anwendung einer Luftpumpe auf ein
Allihn'sches Asbestfilter filtrirt, dann in bekannter Weise das Kupfer-
oxydul reducirt und das Kupfer gewogen.

Der Verfasser hat zur Berechnung des Invertzuckers aus dem ge-
fundenen Kupfer folgende Tabelle aufgestellt, die aber selbstverständlich
nur für die oben angegebenen Verhältnisse gilt:

Milligramm Cu	Proc. Invertzucker	Milligramm Cu	Proc. Invertzucker
50	0,05	155	0,59
55	0,07	160	0,62
60	0,09	165	0,65
65	0,11	170	0,68
70	0,14	175	0,71
75	0,16	180	0,74
80	0,19	185	0,76
85	0,21	190	0,79
90	0,24	195	0,82
95	0,27	200	0,85
100	0,30	205	0,88
105	0,32	210	0,90
110	0,35	215	0,93
115	0,38	220	0,96
120	0,40	225	0,99
125	0,43	230	1,02
130	0,45	235	1,05
135	0,48	240	1,07
140	0,51	245	1,10
145	0,53	250	1,13
150	0,56	255	1,16

*) Einen Gehalt an reducirenden, durch Bleiessig nicht fällbaren Nicht-
zuckersubstanzen hat Herzfeld in Rübenzuckern bis jetzt nicht gefunden und
macht darauf aufmerksam, dass nur wenn diese vorhanden sind die
Titrirung vor und nach dem Behandeln mit Natronlange nach Bodenbender
nötig ist.

Milligramm Cu	Proc. Invertzucker	Milligramm Cu	Proc. Invertzucker
260	1,19	290	1,36
265	1,21	295	1,38
270	1,24	300	1,41
275	1,27	305 $\frac{1}{4}$	1,44
280	1,30	310	1,47
285	1,33	315	1,50

Alexander Herzfeld*) fügt obiger Vorschrift hinzu, dass die Zeit, welche zum Vorwärmen der Flüssigkeit bis zum Beginn des Siedens verbraucht wird, auf nahezu 4 Minuten bemessen werden müsse, da von Bodenbender und Hugo Schulze nachgewiesen worden sei, dass bei verschiedener Dauer des Vorwärmens verschiedene Resultate erhalten werden, und da die Werthe der Tabelle dann richtig sind, wenn diese Zeit 4 Minuten beträgt, obgleich $\frac{1}{2}$ Minute mehr oder weniger noch keinen merklichen Fehler ergibt.

Um diese Vorwärmezeit gleichmässig einhalten zu können, schlägt der Verfasser vor, das Erhitzen auf einem Drahtnetz vorzunehmen, über welches ein Stück Asbestpappe, in das eine kreisrunde Oeffnung von 6,5 cm Durchmesser geschnitten ist, gelegt wird. Stellt man auf diese Asbestpappe den Kolben, so ist die erhitzte Bodenfläche auch bei verschiedener Grösse der angewandten Erlenmeyer'schen Kolben stets dieselbe, so dass man bei gleicher Flammenhöhe desselben Brenners den Eintritt des Kochens leicht immer in derselben Zeit herbeiführen kann.

Zur gewichtsanalytischen Bestimmung der Maltose theilt E. Wein**) mit, dass bei Lösungen von 0,6—1 % zwar das Reductionsverhältniss ein constantes (100:113) ist***), dass es aber bei verdünnteren Lösungen sich erhöht und bei 0,1 % 100:119 wird. Es ist dies bei der Bestimmung der Maltose mit Fehling'scher Lösung auf gewichtsanalytischem Wege zu berücksichtigen.

*) Deutsche Zuckerindustrie 1886 No. 9; durch Chem. Centralblatt [3. F.] 17, 603.

**) Allgem. Brauer- und Hopfen-Zeitung 25, 136; durch Chemikerzeitung 10, 22.

***) Vergl. Soxhlet diese Zeitschrift 20, 442.