

40—50 cc nicht übersteigt. Um jene Menge Brom zu lösen, setzt man etwa die Hälfte seines Gewichts Bromkalium hinzu. Den Titer des Bromwassers bestimmt man, der verhältnissmässig leichten Zersetzbarkeit desselben wegen, täglich resp. vor dem jedesmaligen Gebrauche in der Weise, dass man eine bestimmte Anzahl von Cubikcentimetern zu einer Lösung von Jodkalium laufen lässt, und das ausgeschiedene Jod mit unterschwefligsaurem Natron titirt.

Bezüglich der praktischen Ausführung bemerkt der Verfasser noch Folgendes:

Schon überschüssig zugesetztes Brom kann man mit einer Lösung von chemisch reinem Phenol zurücktitriren. Zu diesem Zweck ist es nothwendig, die Phenollösung, da sie wie die Bromlösung der Veränderung durch Licht, Luft und Wasser unterworfen ist, einestheils vor dem Einflusse jener ersten beiden möglichst zu schützen, dann aber sie thunlichst oft mit Bromwasser auf ihren Gehalt zu prüfen.

Steht chemisch reines Phenol nicht zu Gebote, so ist der Ueberschuss von Brom ebenso sicher mittelst Jodkaliums zu bestimmen. Das ausgeschiedene Jod titirt man nach Zusatz von etwas Stärkekleister mit unterschwefligsaurem Natron und berechnet daraus das Brom. — Was die Reaction auf Jodkalium-Stärkepapier anlangt, so ist nur eine sofort eintretende deutliche Bläuung der betupften Stelle maassgebend. Eine geringe Färbung verschwindet meist wieder. Man nimmt von der auf ihren Gehalt an Phenol zu prüfenden Flüssigkeit nicht weniger als 10, nicht mehr als höchstens 30 cc, falls die Lösungen nicht sehr verdünnt sind. Verbindungen, auf welche Brom ebenfalls einwirkt, wie schweflige Säure etc. sind vorher auf geeignete Weise zu entfernen.

IV. Specielle analytische Methoden.

Von

H. Fresenius und C. Neubauer.

1. Auf Lebensmittel, Handel, Industrie, Agriculture und Pharmacie bezügliche.

Von

H. Fresenius.

Zur Bestimmung des Wassergehaltes der Milch hat H. Geissler*) einen Apparat construiert und sich denselben patentiren lassen.

*) Deutsche Patentschrift Nr. 1217.

Der Apparat hat den Zweck, den Wassergehalt der Milch sehr schnell und sicher durch Destillation zu bestimmen und ist, wie Fig. 8 und 9 auf Taf. VI zeigen, aus folgenden Theilen zusammengesetzt.

1. Aus dem cylindrischen Glasgefäß A, welches durch die angeschmolzene Röhre a mit der ihrer ganzen Länge nach in gleiche Volumtheile eingetheilten Röhre B in Verbindung steht. In diese Röhre B ist oben bei b ein Glashahn c luftdicht eingeschliffen. In den Hals des Glasgefäßes A ist bei d die ebenfalls mit einem Glashahn h und mit einer Volumtheilung wie B versehene Röhre E luftdicht eingeschliffen. Die Volumtheilung beider Röhren ist gleich, nur sind die Zahlen in umgekehrter Reihenfolge daran geschrieben. Bei B liegt der Nullpunkt unten und die Zählung geht von unten nach oben; bei E ist der Nullpunkt oben und die Zählung geht von oben nach unten. Röhre B dient als Vorlage zur Aufnahme des aus A überdestillirten Wassers, E zur Aufnahme der zu untersuchenden Milch.

2. Aus einem Kochkesselchen von Messing M, in dessen Mitte ein mehrfach durchlöcherter Messingcylinder G eingelöthet ist. In letzteren wird behufs Vornahme der Operation das cylindrische Gefäß A, nachdem die Röhre E aufgesteckt, eingesetzt. Das Kesselchen dient dazu, um Wasser zum Kochen zu bringen und wird zu diesem Zweck durch eine untergestellte Weingeistlampe erhitzt. Alle diese Theile werden von dem Messingstativ F getragen.

3. Ein zur Aufnahme des Kühlwassers für die Röhre B bestimmter Cylinder H vervollständigt den Apparat.

Vor Beginn der Untersuchung sieht man zuerst auf luftdichten Schluss der Hähne und der Schliffe bei b und d. Die Stopfen der Hähne, sowie die einzufügenden Schliffstücke werden mit einer durch Zusammenschmelzen von reinem weissem Wachs mit einem reinen Oele bereiteten Mischung bestrichen, in ihre Stellen eingesetzt und mehrmals rund gedreht, bis sie auf ihrer ganzen Fläche durchsichtig sind. Bevor man sie aufsteckt, gibt man in das Gefäß A und die Röhre B je einige Tropfen Wasser. Ist der Apparat dann zusammengestellt, so fällt man die zu untersuchende Milch in die getheilte Röhre E bis zum Nullpunkte ein. Durch eine kleine Glaspipette ist das Niveau der Milch bei 0 leicht zu reguliren.

Das Kesselchen M füllt man etwa $\frac{1}{3}$ voll Wasser und bringt dieses durch eine mässig starke Weingeistflamme zum Sieden, wodurch sich die geringe Wassermenge in A in Dampf verwandelt. Erhitzt man nun

auch vorsichtig die Röhre B (welche bisher noch nicht in den Kühlcylinder eingesetzt werden durfte) mit der Weingeistlampe, so muss auch das hier befindliche Wasser verdampfen. Diese Operation bezweckt, aus dem Apparate, d. h. aus A und B die Luft auszutreiben. Natürlich muss während des Erhitzens der Hahn c geöffnet bleiben. Die Röhre B wird nur so stark erhitzt, dass das Wasser darin eben zum Verdampfen gelangt, und man thut wohl, die Röhre nicht allein an ihrem unteren Ende, wo das Wasser sitzt, zu erwärmen, sondern auch von allen Seiten gleichmässig durch Vorbeiführen der Weingeistlampe, um dadurch ihr Zerspringen möglichst zu vermeiden. Sobald die Verdampfung des Wassers erfolgt, entfernt man die Lampe und saugt so stark als möglich an der oberhalb des Hahnes c befindlichen Spitze i, wodurch die Luft aus dem Apparat entfernt wird. Man saugt die Spitze i an die Zunge oder Lippe fest und schliesst den Hahn c. Den so vorgerichteten Apparat benutzt man zur Destillation der Milch und verfährt dabei wie folgt:

Man setzt, am besten durch Aufheben des ganzen Apparates, die Röhre B in den Kühlcylinder H. Zunächst wird sich der in dem Apparat befindliche Wasserdampf in B wieder condensiren und am Boden dieser Röhre ansammeln. Wenn sich nichts mehr sammelt, wird der Stand des Wassers an der Scala der Röhre abgelesen und besonders bemerkt. Inzwischen bleibt das Wasser im Kesselchen M fortwährend im Kochen. Nunmehr lässt man durch langsames und sehr vorsichtiges Drehen des Hahnes h Milch in ganz kleinen Mengen von höchstens 5 Theilen der Scala aus Röhre E in A abfliessen, wo sie sofort zum Verdunsten kommt, indem alles Wasser als Dampf in die Röhre B übertritt und sich dort verdichtet, während die festen Theile der Milch in A zurückbleiben. Dieses Ablassen der Milch aus E in A wird in Zwischenräumen wiederholt, bis ein beliebiges Quantum zur Destillation gelangt ist. Man wird wohl am bequemsten 100 Theile dazu nehmen, weil man die gefundene Wassermenge sogleich in Procenten ausdrücken kann. Ist die gewünschte Quantität Milch in A eingelaufen, so wartet man einige Minuten, bis kein Wasser mehr überdestillirt, bis also das Niveau an der Scala der Röhre B sich nicht mehr verändert. Die Arbeit ist hiermit beendet; das angezeigte Wasserquantum, abzüglich der schon vorher bemerkten, unten in B gesammelten Wassermenge, ist das in der zur Destillation genommenen Menge Milch enthalten gewesene Wasser. Hatte man z. B. vor Zulassung der Milch (also nach Austreibung der

Luft) unten an der Scala von B fünf Theile Wasser, nach successiver Destillation von 100 Theilen Milch 95 Theile Wasser notirt, so sind 90 Theile Wasser aus der Milch abdestillirt. Diese enthält also 90 % Wasser und 10 % feste Stoffe. Zum Schlusse seien noch einige Bemerkungen und Vorsichtsmaassregeln angegeben.

Es würde bei der Condensation des Wasserdampfes, der zur Austreibung der Luft aus dem Apparate gedient hat, dieser Dampf sich auf der ganzen Länge der Röhre B condensiren und ansetzen, so dass unten der Stand nicht genau, sondern zu gering würde. Zur Vermeidung dieses Fehlers steckt man die Röhre B zu Anfang nur etwa zur Hälfte ins Wasser und erwärmt die obere Hälfte einige Male mit der Weingeistlampe, wodurch die dort gebildeten Wassertröpfchen wieder zu Dampf werden und sich im unteren Theile der Röhre condensiren. Es ist sehr wesentlich, dass der Apparat möglichst luftleer sei. Da aber nicht Jedermann die Luft hinreichend aussaugen kann, so ist noch eine kleine Vorrichtung beigegeben, welche diesen Zweck erfüllt. Sie besteht aus einer kleinen Glaskugel k mit Röhre, welche auf die oberste Spitze der Hahnröhre c bei i aufgeschliffen ist und durch einen Korkstopfen geht, woselbst sie angefasst wird. Um dieselbe zu gebrauchen, nimmt man die Hahnröhre, indem man zugleich den Hahn c schliesst, von B, dann auch bei i von der Kugel K weg und gibt in K eine kleine Menge Wasser, welches vermittelt der Lampe zum Verdampfen gebracht wird. Während der Dampf ausströmt, steckt man die Spitze der Hahnröhre bei i in die Kugelhöhle und kühlt die Kugel in einem Gefässe mit Wasser ab. Dann setzt man das Ganze auf B und erwärmt diese Röhre wie vorhin beschrieben. Oeffnet man jetzt den Hahn c, so wirkt die luftleere Kugel als Sauger und nimmt die Luft aus dem Apparat auf. Der Hahn c wird sogleich wieder geschlossen. Der beigegebene Trichter wird in den Kühlcylinder gestellt und dient zur öfteren Erneuerung des Kühlwassers, während das erwärmte Wasser oben durch den Tubus des Cylinders abläuft.

Lactoskop. Eine quantitative Prüfung der Milch auf Fettgehalt strebt Feser*) auf rein optischem Wege**) durch sein Lactoskop an. Dasselbe ist in Fig. 6 auf Taf. VI abgebildet und besteht aus einem hohlen Glaszylinder A mit 2 Scalen, von denen eine die Cubikcenti-

*) Pharm. Centralhalle **19**, 21.

) Vergl. hierzu diese Zeitschrift **2, 103, 446, 447; **6**, 246; **7**, 512; **16**, 358; **17**, 240.