

P. Zipperer's längst bekanntes und geschätztes Handbuch der Schokoladenfabrikation<sup>1)</sup> gab H. Schaeffer in dritter, neu bearbeiteter und erweiterter Auflage, heraus. Neben einer ausgiebigen Behandlung aller technischen Fragen bietet das Buch auch einen wohl gelungenen analytisch-chemischen Teil, in dem alles irgend wesentliche enthalten ist.

Gleichfalls in neuer Auflage — der vierten — liegt ein altbewährter Führer der praktischen Analytiker: D. Holde's Anleitung zur Untersuchung der Mineralöle und Fette<sup>2)</sup> vor. Die neue Ausgabe berücksichtigt alle Fortschritte auf dem behandelten Gebiete bis zur jüngsten Gegenwart, die Anspruch darauf erheben können, sachlich begründet und praktisch brauchbar zu sein.

Eine Monographie von P. Kukuk<sup>3)</sup> über unsere Kohlen vermittelt in leicht verständlicher Sprache eine Fülle wichtiger Kenntnisse, über die jeder in der Technik stehende Chemiker verfügen sollte, und die ihm kaum an anderer Stelle so bequem geboten werden, wie in dieser Schrift.

**Wasserbestimmung nach dem Destillationsverfahren.** Das von Hoffmann<sup>4)</sup> angegebene Verfahren benutzte St. von Haydin<sup>5)</sup> zur Wasserbestimmung in Gemäsen. Von der fein zerkleinerten Substanz werden 20 g in einen aus feinmaschigem Kupferdrahtnetz hergestellten Zylinder eingewogen. Der Zylinder wird mit einem Drahtnetzdeckel verschlossen und sodann in den mit 200 ccm Paraffinöl beschickten Destillationskolben des Hoffmann'schen Apparates eingesenkt. Man gibt noch 20 ccm Terpentinöl zu und destilliert so, dass binnen 8 Minuten eine Temperatur von 180° C. erreicht wird.

<sup>1)</sup> P. Zipperer. Die Schokoladenfabrikation. Eine Monographie, der Kakaofrucht und ihrer Verwertung. 3. Aufl., herausgegeben von H. Schaeffer. XI und 349 Seiten. Mit 121 Figuren, 21 Tabellen und 3 Tafeln. Berlin, M. Krayn (1913).

<sup>2)</sup> D. Holde. Untersuchung der Kohlenwasserstofföle und Fette, sowie der ihnen verwandten Stoffe. Vierte Auflage. XVI u. 596 Seiten. Mit 117 Figuren. Berlin, Julius Springer (1913).

<sup>3)</sup> P. Kukuk. Unsere Kohlen. Eine Einführung in die Geologie der Kohlen unter Berücksichtigung ihrer Gewinnung, Verwendung und wirtschaftlichen Bedeutung. X und 120 Seiten. Mit 60 Abbildungen und 3 Tafeln. Leipzig und Berlin, B. G. Teubner (1913). (Aus Natur- und Geisteswelt. 396. Bändchen.)

<sup>4)</sup> Vergl. diese Zeitschrift 52, 59 (1913).

<sup>5)</sup> Zeitschrift f. Untersuchung der Nahrungs- u. Genussmittel 25, 158 (1913).

Hierauf lässt man nochmals 20 *ccm* Terpentinöl in den Kolben nachfließen, steigert die Temperatur bis 200° C. und erhält sie 5 Minuten lang auf dieser Höhe. Das Volum der überdestillierten Wassermenge wird in der Vorlage abgelesen, nachdem alle Wasserteilchen niedergesunken sind, was durch Rotieren der Vorlage zwischen den Handflächen beschleunigt werden kann. — Die Anwendung des Drahtbehälters, der nach Beendigung des Versuches mittels eines Hakens aus dem Destillationskolben herausgehoben wird, erleichtert die Reinigung der Apparatur. Auch braucht man dann nach jedem Versuch zu dem im Kolben zurückbleibenden Paraffinöl nur 10 *ccm* neues Paraffinöl hinzuzufügen. Nach je 20 Bestimmungen erneuert man das Paraffinöl vollständig.

S. S. Sadtler<sup>1)</sup> führte die Wasserbestimmung in Eiereiweiss, Käse, Butter, Leinsamenmehl und Sägespänen aus, indem er 25 bis 50 *g* mit 200 bis 300 *ccm* Benzol in einem  $\frac{1}{2}$ -l-Erlenmeyerkolben im Ölbad 1 bis 2 Stunden lang auf 110° bis 120° C. erhitzte und das Volum des übergehenden Wassers in einer geeigneten, geteilten Vorlage ermittelte.

Einer grundlegenden Durchsicht unterzog F. Michel<sup>2)</sup> das ganze Verfahren. Die von ihm bevorzugte Apparatur<sup>3)</sup> entspricht etwa der von Aschmann und Arend<sup>4)</sup> beschriebenen; nur die Vorlage ist etwas anders gestaltet. Bei ihr besteht der obere trichterförmige Ansatz mit dem Messrohr nicht aus einem Stück, sondern er ist in sie eingeschliffen und kann — nach Schliessen eines an seinem unteren Ende befindlichen Glashahns — von ihr abgenommen werden. Das ermöglicht eine bequemere Wiedergewinnung des überdestillierten Destillationszusatzes. Ferner fängt Michel das Destillat nicht über Quecksilber auf, sondern lässt es direkt in die Messröhre einfließen, deren Einteilung an ihrem untersten, verschlossenen Ende beginnt. Als Zusatz bei der Destillation bewährte sich dem Verfasser am meisten ein Gemisch von Toluol und Xylol im ungefähren Verhältnis 1 : 2.

Wesentlich sind einige Angaben Michel's über Korrekturen, die am abgelesenen Volum des überdestillierten Wassers anzubringen

1) Journ. of industr. and engin. chemistry **2**, 66 (1910); durch Zeitschrift f. Untersuchung d. Nahrungs- u. Genussmittel **23**, 146 (1912).

2) Chemiker-Zeitung **37**, 353 (1913).

3) Zu beziehen von Dr. Heinrich Göckel & Co., Berlin NW. 6.

4) Vergl. diese Zeitschrift **49**, 515 (1910).

sind. Die Messröhren sind geeicht auf den Meniskus, den Wasser an der Luft bildet; ihre Benutzung erfolgt hier jedoch für die Ermittlung eines unter Toluol-Xylol-Mischung sich befindenden Wasservolums. Die Meniskusbildung ist im letzteren Falle anders, und man findet zu niedrige Werte. Man muss demnach für jedes benutzte Messrohr den Unterschied der beiden Menisken ein für allemal ermitteln und den betreffenden Wert als Korrekturgrösse zu dem abgelesenen Wasservolum hinzuzählen. Erleichtert werden alle Volumbestimmungen, wenn das Messrohr mit Schellbachstreifen<sup>1)</sup> versehen ist. — Ausser dieser Meniskuskorrektur ist zu der jeweils gefundenen Kubikzentimeter-Zahl — wie Michel empirisch fand — für je 1 *ccm* eine weitere Korrektur von 0,03 *ccm* hinzuzuzählen.

Auf das hier erörterte Prinzip gründete kürzlich P. Schläpfer<sup>2)</sup> die Wasserbestimmung in Kohlen und flüssigen Brennstoffen (Teeren und Ölen). Von ersteren werden 30 bis 50 *g*, von letzteren 100 *g* eingewogen und mit 200 *ccm* Xylol destilliert. Die als Vorlage dienenden Messröhren<sup>3)</sup> fassen 150 *ccm* und sind in ihrem untersten Teil verengt und in  $\frac{1}{10}$  oder  $\frac{1}{20}$  *ccm* eingeteilt. Um Trübungen des überdestillierten Xylols zur völligen Abscheidung zu bringen, wird das Messrohr nach beendigter Destillation etwa  $\frac{1}{4}$  Stunde in warmes Wasser eingehängt. Das von anderer Seite empfohlene Loslösen von an den Wandungen hängen gebliebenen Wassertropfchen ist entbehrlich, wenn das Messrohr nach jedesmaligem Gebrauch durch strömenden Dampf und durch Behandeln mit einer schwefelsäurehaltigen Kaliumpyrochromatlösung gereinigt wird.

Am abgelesenen Wasservolum nimmt auch Schläpfer — gleich Michel — neben der Meniskuskorrektur eine weitere Korrektur vor. Doch fand er, im Gegensatz zu Michel, diese letztere nicht proportional dem Gesamt-Wasservolum. Sie ist nach ihm vielmehr abhängig von den Dimensionen des Apparates. Man soll für jeden im Gebrauch befindlichen Apparat eine diesbezügliche Korrekturtabelle entwerfen, indem man bekannte, verschieden grosse Wassermengen mit Xylol überdestilliert und das im Messrohr — nach Anbringung der Meniskuskorrektur — abgelesene Wasservolum mit der angewendeten Wassermenge vergleicht.

1) Chemiker-Zeitung 9, 1482 (1885).

2) Zeitschrift f. angewandte Chemie 27, 1, 52 (1914).

3) Zu beziehen von Bender u. Hobein in Zürich; ebenda auch die ganze Apparatur.

Endlich soll man auch nicht versäumen, die Teilung der Messröhren nachzueichen, was am einfachsten mit Hilfe einer Ostwald'schen Pipette<sup>1)</sup> geschehen kann.

Nach Schläpfer's Beleganalysen findet man mittels der Xylolmethode bei festen und flüssigen Brennstoffen Werte für den Wassergehalt, die sowohl unter einander, wie mit den nach anderen direkten Methoden ermittelten gut übereinstimmen. Ausnahmen hiervon fanden sich nur bei manchen Anthraziten.

Unter den zahlreichen Kritikern des in Rede stehenden Verfahrens der Wasserbestimmung ist nur W. Müller<sup>2)</sup> zu einem ablehnenden Urteil gelangt. Er prüfte hauptsächlich die Angaben von Mai und Rheinberger<sup>3)</sup> über die Wasserbestimmung im Käse nach. Ein halbstündiges Stehenlassen der Messröhre genügt nach ihm nicht zur völligen Trennung der wässrigen Schicht vom Petroleum; es bedarf hierzu vielmehr einer 16-stündigen Wartezeit. Ferner fand er fast ausnahmslos nach der Destillationsmethode weniger Wasser als nach der Trockenschrankmethode von Stutzer<sup>4)</sup>, während andere Autoren gerade das umgekehrte Verhältnis beobachtet haben. Endlich differieren nach Müller die Resultate der Destillationsmethode bei wiederholter Ausführung bis zu 3  $\frac{0}{0}$ , während der gleiche Käse im Trockenschrank vorzüglich übereinstimmende Werte gibt.

Die polarimetrische Zuckerbestimmung nach Jolles<sup>5)</sup> haben B. Bardach und S. Silberstein<sup>6)</sup> nachgeprüft. Nach ihnen ist das Erhitzen der alkalisch gemachten Zuckerlösungen im Luftbad und in offenen Gefäßen vorteilhafter, als das Erwärmen im Druckfläschchen, weil so weniger starke Dunkelfärbung auftritt und die Lösungen sich besser polarisieren lassen. Speziell für die Analyse von Saccharose-Glukose-Mischungen empfehlen die Verfasser folgende Arbeitsweise.

45 *ccm* der zu untersuchenden, neutralen Zuckerlösung werden in einem 50-*ccm*-Messkolben mit Normal-Natronlauge zur Marke aufgefüllt.

---

<sup>1)</sup> Vergl. diese Zeitschrift **22**, 548 (1883).

<sup>2)</sup> Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene **4**, 268 (1913).

<sup>3)</sup> Vergl. diese Zeitschrift **52**, 60 (1913).

<sup>4)</sup> Diese Zeitschrift **35**, 494 (1896).

<sup>5)</sup> Vergl. diese Zeitschrift **50**, 393 (1911); **51**, 516 (1912) u. **52**, 240 (1913).

<sup>6)</sup> Zeitschrift f. Untersuchung d. Nahrungs- u. Genussmittel **21**, 540 (1911). — Diese Zeitschrift **51**, 610 (1912).