

Carl Kipke

Praktisches Arbeiten im Brauereilabora- torium

Kurze Anleitung mit
Beispielen und Berechnungen
zusammengestellt

Praktisches Arbeiten im Brauereilaboratorium.

Kurze Anleitung
mit Beispielen und Berechnungen zusammengestellt

von

Dr. Carl Kipke.



Springer-Verlag Berlin Heidelberg GmbH 1906

ISBN 978-3-662-31916-1

ISBN 978-3-662-32743-2 (eBook)

DOI 10.1007/978-3-662-32743-2

Alle Rechte, insbesondere das der
Übersetzung in fremde Sprachen, vorbehalten.

Vorwort.

Es ist nicht zu leugnen, daß es auf dem Gebiete der Brauwissenschaft bereits eine ganze Reihe von Büchern gibt, die dem Brauereichemiker oder dem Betriebskontrolleur gewidmet sind. Diese Bücher sind aber teils von bedeutendem Umfang, da sie in ausführlicher Weise für eine Analyse sämtliche vorhandene Methoden bringen, oder sind in Form von Kalendern oder Taschenbüchern von nahezu lapidarer Kürze, die es namentlich dem Anfänger oder weniger wissenschaftlich Gebildeten sehr erschwert, sich zurecht zu finden. Vorliegendes Büchlein will jedoch beides vereinen: Verständlichkeit und Kürze.

In übersichtlicher Folge sind die Analysen in ihren besten und bewährtesten Methoden, die am schnellsten zum Ziele führen, angeordnet. Jede Analyse ist nicht nur erklärt, sondern ein vollkommen durchgeführtes, der Praxis entnommenes Zahlenbeispiel erleichtert die oft nicht einfachen Berechnungen wesentlich. Erklärungen für den chemischen Vorgang der Analyse sind nicht in weitschweifiger, die Übersicht störender Form, sondern in knappen Stichworten beigegeben.

Wenn auch der Brauereichemiker für seine tägliche Arbeit im Laboratorium an vorliegendem Büchlein einen Anhalt findet, so macht dieses doch keinen Anspruch auf erschöpfende Ausführlichkeit. Diese ist dem Lehrbuch vorbehalten, das man am Schreibtisch studiert, der Laboratoriumstisch verlangt knappe Kürze.

Breslau, im April 1906.

Der Verfasser.

Inhaltsverzeichnis.

	Seite
I. Eichen der Pyknometer	1
II. Untersuchung einer Gerste	1
a) Mechanische Analyse	1
Hektolitergewicht	1
Sortierung	2
Untersuchung auf Keimfähigkeit	2
b) Chemische Analyse	3
Bestimmung des Wassergehaltes	3
Bestimmung des Gesamtstickstoff- bzw. Eiweiß- gehaltes	3
III. Untersuchung eines Malzes	5
a) Mechanische Analyse	5
Hektolitergewicht	5
Tausendkörnergewicht	6
Schnittprobe	6
Blattkeimentwicklung	7
Geruch und Reinheit	7
b) Chemische Analyse	7
Bestimmung des Wassergehaltes	7
Bestimmung des Extraktgehaltes	8
Tabelle über das Verhältnis zwischen spezifischem Gewicht und Extraktgehalt nach Balling hinter	12
Farbbestimmung der Würze	12
Bestimmung der Fehlingsche Lösung reduzierenden Substanzen (Rohmaltose) in der Würze	14
Tabelle zur Bestimmung der Maltose nach E. Wein hinter	16
Bestimmung des Dextrins in der Würze	16
Tabelle zur Bestimmung des Traubenzuckers (Dex- trose) nach F. Allihn	18

	Seite
Wasserbestimmung	50
Aschebestimmung	50
VII. Untersuchung der Hefe	51
Bestimmung der Gärkraft	51
VIII. Untersuchung des Pechs	52
Geschmacks- und Geruchsprüfung	52
Schmelzpunkt	52
Wassergehalt	53
Bestimmung des Rückstandes und Untersuchung auf un- erlaubte Zusätze: Chromgelb, Ocker und Schwerspat	53
Pichversuch im kleinen	54
IX. Untersuchung des Wassers	55
Bestimmung des Abdampfrückstandes	55
Bestimmung des Glührückstandes	55
Bestimmung der Schwefelsäure	56
Bestimmung der Alkalichloride	57
Bestimmung des Chlors	57
Bestimmung der gebundenen Kohlensäure	57
Bestimmung der organischen Substanz	58
Bestimmung des Ammoniaks (qualitativ und quantitativ)	59
Bestimmung der salpetrigen Säure (qualitativ und quan- titativ)	60
Bestimmung der Salpetersäure (qualitativ und quan- titativ)	62
Bestimmung der Kieselsäure	63
Bestimmung des Eisens	63
Bestimmung des Kalziums	64
Bestimmung des Magnesiums	64
Bestimmung des Härtegrades	65
Tabelle der deutschen Härtegrade nach Faiszt und Knaus	hinter 66
Grenzwerte brauchbarer Brauwässer	67
X. Bestimmung der flüchtigen Bestandteile und des Heiz- wertes von Kohlen	68
Bestimmung des Wassergehaltes	68

	Seite
Bestimmung der flüchtigen Bestandteile	68
Bestimmung der Asche	68
Tabelle für den Faktor α	69
XI. Untersuchung der Schmiermittel	70
Prüfung auf Säure	70
I. Auf Mineralsäure (qualitativ und quantitativ)	70
II. Auf organische Säure (quantitativ)	71
Bestimmung des Säuregehaltes in künstlich gefärbten Ölen	71
Bestimmung des Wassergehaltes	72
Bestimmung des Aschengehaltes	73
Ermittlung des Flammpunktes	74

I. Eichen der Pyknometer.

Neue Pyknometer sind vor dem Gebrauch mit Schwefelsäure und Kaliumbichromat zu reinigen, alsdann mit Wasser, Alkohol und Äther nachzusputen und in einem gut ziehenden Trockenschrank zu trocknen.

Die Pyknometer werden mit Wasser von 15°C und $17\frac{1}{2}^{\circ}\text{C}$ ausgewogen, da für Alkohol die Temperatur von 15°C , für Würze und Bier die von $17\frac{1}{2}^{\circ}\text{C}$ in Betracht kommt.

Beispiel:

Pyknometer mit Wasser von 15°C	67,9709
Pyknometer leer	17,9270
		<hr/>
	Wasser	50,0439.
Pyknometer mit Wasser von $17\frac{1}{2}^{\circ}\text{C}$	67,9530
Pyknometer leer	17,9270
		<hr/>
	Wasser	50,0260.

Es genügt bei sorgfältiger Behandlung, die Pyknometer einmal im Jahre zu kontrollieren.

II. Untersuchung einer Gerste.

a) Mechanische Analyse.

Im allgemeinen wünscht man beim Einkauf einer Gerste ein hohes Hektolitergewicht, da man nicht mit Unrecht annimmt, daß eine Gerste von höherem Gewicht auch ein besseres Malz gibt; denn die beim nachherigen Mälzen zu verzuckernde Stärke besitzt von allen Bestandteilen der Gerste das höchste spezifische Gewicht. Jedoch darf man dem Hektolitergewicht nicht allzugroßen Wert

beilegen; manche Gerstenjahrgänge haben gezeigt, daß Mittelsorten bessere Ausbeuten als schwere Sorten ergaben. Das Hektolitergewicht läßt sich am leichtesten mit dem „Getreideprober von Prof. Brauer“ ermitteln. (Zu beziehen von Lux, Ludwigshafen.) Man bezeichnet eine Gerste als leicht, wenn deren Hektolitergewicht unter 64 kg liegt, als mittelschwer von 64—67 kg Gewicht, als schwer von 67—70 kg und darüber. Im allgemeinen schwankt das Hektolitergewicht unserer Braugersten zwischen 55 und 70 kg, von denen solche zwischen 64 und 70 kg zum Vermälzen am geeignetsten sind.

Sortierung.

100 g Gerste werden in ein Schüttelsieb gebracht und 5 Minuten lang, am besten mit Hilfe eines Motors, sehr schnell geschüttelt. Die Sortiervorrichtung enthält drei übereinander liegende Siebe von 2,8 mm, 2,5 mm und 2,2 mm Schlitzweite. Die Gerste verteilt sich beim Schütteln in die verschiedenen Siebfächer. Alsdann bestimmt man das Gewicht der einzelnen Sorten.

Eine Gerste ist gut zu nennen, wenn sie 50—70 % I. und II. Sorte und ca. 20—30 % III. Sorte hat. Ausputz ist nur bis 3 % zulässig.

Untersuchung auf Keimfähigkeit.

Sorte I, II und III werden innig gemischt. 50 g werden eingeweicht, und zwar zunächst 8—10 Stunden lang in Kalkwasser, alsdann 14—16 Stunden lang in gewöhnlichem Wasser. Die noch feuchten Körner werden auf angefeuchtetes, dickes Filtrierpapier zwischen 2 Glasplatten gelegt und zwei Tage lang keimen gelassen. Nach dieser Zeit werden die Körner, die nicht gekeimt sind, gezählt und auf Prozente umgerechnet.

Beispiel:

10,5 % nicht gekeimt. (Mäßig!) 20 % und darüber schlecht. Bei einer normalen Gerste dürfen höchstens 3—5 % ausbleiben.

b) Chemische Analyse.

50 g der gut vermischten Sorten I, II und III werden **Wasserbestimmung.** auf einer Handmühle grob geschrotet. 6—9 g hiervon verwendet man zur Wasserbestimmung und wägt dieselben auf der chemischen Wage in einem nicht zu hohen Wäagegläschen. Sie werden alsdann 4 Stunden lang im Toluolbadschrank bei 105° C. erhitzt. Das Anheizen hat in der Art zu geschehen, daß erst nach Verlauf der ersten Stunde 100° erreicht sein dürfen. Nach dem Erhitzen ist das Wäagegläschen bis zum vollständigen Erkalten im Exsikkator aufzubewahren.

Beispiel:

Wäagegläschen mit Gerste . . .	40,0409	g
Wäagegläschen leer	31,2338	„
angewandt:	8,8071	g Gerste.
Wäagegläschen vor dem Erhitzen .	40,0409	g
Wäagegläschen nach dem Erhitzen	38,8652	„
Gewichtsverlust:	1,1757	g.

Die Gerste enthielt demnach:

$$\frac{1,1757 \cdot 100}{8,8071} = 13,35\% \text{ Wasser.}$$

3 g der fein gemahlten Gerste werden in einem **Bestimmung des Gesamt-Stickstoff- bzw. Eiweißgehaltes.** Nickeltiegel von bekanntem Gewicht auf der analytischen Wage genau abgewogen und quantitativ in ein Jenenser Stickstoffkölbchen von ca. 250 ccm gebracht. Die letzten an den Wandungen der Nickelschale anhaftenden Stäubchen lassen sich leicht mit Hilfe eines weichen Pinsels in den Kolben bringen. Hierzu gibt man ca. 20 ccm reine, rauchende Schwefelsäure, 3 Tropfen Quecksilber und erhitzt auf einem Drahtnetz über dem Bunsenbrenner so lange, bis sämtliche Substanz weiß und die Flüssigkeit wasserhell geworden ist. Nach 2—3 Stunden ist dies erreicht. Ein

Zusatz von 5 g Kaliumsulfat beschleunigt den Vorgang. Beim Abkühlen scheiden sich weiße Nadelchen aus; dieselben werden durch Zugießen von nicht zu viel destilliertem Wasser gelöst und die Lösung in einen ca. 1000 ccm fassenden Jenenser Kolben quantitativ übergespült. In den Kolben gibt man etwas Schwefelleber, um die gebildeten Quecksilbersalze zu zerstören, etwas Zinkpulver, um das Stoßen und Schäumen zu vermeiden, und ca. 300—350 ccm einer 33⁰/₁₀igen Natronlauge. Zink und Natronlauge wirken außerdem reduzierend auf etwaig entstandene Stickoxydverbindungen. Das Zugeben der Natronlauge hat vorsichtig zu geschehen, damit nicht Ammoniak in die Luft entweicht. Man verfährt am besten so, daß man die Natronlauge an der inneren Wandung des schräg gehaltenen Kolbens hinunterfließen läßt. Diese wird sich vermöge ihres höheren spezifischen Gewichts unter die schwefelsaure Lösung schichten. Ammoniak, das sich an der Berührungsfläche der beiden Schichten bildet, wird von der darüber stehenden Schwefelsäure sofort wieder absorbiert und kann nicht an die Luft entweichen. Erst nach dem Aufsetzen des Gummistopfens mit Kugelaufsatz wird der Kolben umgeschüttelt und am Kjeldahlapparat destilliert. In die Vorlage hat man 50 ccm einer $\frac{1}{10}$ n. Schwefelsäure gegeben. Vom Kochen der Flüssigkeit an gerechnet, genügt ein halbstündiges Erhitzen, um sämtliches durch die Natronlauge freigemachtes Ammoniak überzutreiben und in den vorgelegten 50 ccm $\frac{1}{10}$ n. Schwefelsäure aufzufangen. Alsdann wird die in der Vorlage befindliche Schwefelsäure mit $\frac{1}{10}$ n. Natronlauge zurücktitriert. Indikator-Kongorot. Alkali rot, Säure blau.

Beispiel und Berechnung:

Um 50 ccm $\frac{1}{10}$ n. Schwefelsäure zu neutralisieren, sind 50 ccm $\frac{1}{10}$ n. Natronlauge notwendig. In unserem

Falle genügten schon 15 ccm $\frac{1}{10}$ n. Natronlauge, um die teilweise durch Ammoniak abgestumpfte Schwefelsäure neutral zu machen. Demnach mußten $50 - 15 = 35$ ccm Schwefelsäure durch das übergegangene Ammoniak neutralisiert sein. 1 ccm $\frac{1}{10}$ n. Schwefelsäure entspricht nun 0,0014 g Stickstoff, 35 ccm $\frac{1}{10}$ n. Schwefelsäure entsprechen $35 \cdot 0,0014$ g Stickstoff = 0,049 g Stickstoff, die in 3 g angewandter Gerste enthalten waren. In 100 g also 1,63 g, gleich $1,63 \%$ Stickstoff. In der Regel berechnet man den Stickstoff- bzw. Eiweißgehalt auf Trockensubstanz, um Vergleiche mit anderen Gersten anstellen zu können. Angenommen, wir hätten bei vorangegangener Wasserbestimmung $13,35 \%$ Wasser gefunden, so sind in 100 g wasserhaltiger Gerste, d. i. $100 - 13,35 = 86,65$ g wasserfreie Gerste, 1,63 g Stickstoff enthalten. In 100 g wasserfreier Gerste sind demnach:

$$\frac{1,63 \cdot 100}{86,65} = 1,88 \text{ g} = \% \text{ Stickstoff.}$$

Dies sind nun Stickstoff-Prozente, auf Trockensubstanz berechnet. Um den Eiweißgehalt zu ermitteln, ist es nur noch notwendig, diese mit 6,25 zu multiplizieren.

Die untersuchte Gerste hatte also in Trockensubstanz:

$$1,88 \cdot 6,25 = 11,75 \% \text{ Eiweiß.}$$

Der mittlere Eiweißgehalt schwankt in den verschiedenen Jahren. Im allgemeinen ist es nicht ratsam, Gersten mit mehr als 12% Eiweiß zu vermälzen.

III. Untersuchung eines Malzes.

a) Mechanische Analyse.

Das Hektolitergewicht des Malzes schwankt zwischen **Hektolitergewicht.** 48 und 59 kg. Da Malz jedoch sehr hygroskopisch ist,

und ein starker Wassergehalt das Hektolitergewicht erhöht, so ist die Angabe des Hektolitergewichts nur dann von positivem Werte, wenn man den Wassergehalt des Malzes kennt. Von zwei Malzen, die gleiche Mengen Wasser enthalten, ist im allgemeinen dasjenige das bessere, welches das höhere Hektolitergewicht besitzt.

Tausendkörner-
gewicht.

Das Gewicht von 1000 Körnern ist auf Trockensubstanz zu berechnen. Dasselbe ist nur dann von Bedeutung, wenn man das Tausendkörnergewicht der verarbeiteten Gerste kennt, da man aus diesen beiden Zahlen den Mälzungsschwand berechnen kann.

Beispiel:

1000 Körner Gerste wiegen .	{	lufttrocken 40,0 g,
		wasserfrei 33,2 g,
1000 Körner Malz wiegen . .	{	lufttrocken 30,1 g,
		wasserfrei 29,4 g,
dennach Mälzungsschwand . .	{	lufttrocken 24,7 ‰,
		wasserfrei 11,4 ‰.

Schnittprobe.

Man zählt die glasigen, halbglasigen, mehligten, lichtgebräunten, dunkelgebräunten Körner und gibt deren Zahl in Prozenten an.

Sehr gutes Malz hat . . .	0—1 ‰	glasige Körner.
Gutes Malz hat	1—2 ‰	„ „
Mittleres Malz hat	3—5 ‰	„ „

Glasige Körner sollen nicht mehr wie 3—4 ‰ vorhanden sein. Empfehlenswerte Malzschnneider sind die von Grobecker, Heinsdorf und Printz.

Beispiel:

glasig	4 ‰,
halbglasig	4 ‰,
lichtgebräunt	0 ‰,
dunkelgebräunt	1 ‰,
mehlig	91 ‰.

Es werden 200—250 Körner auf Blattkeimlänge hin untersucht. Die Zahl der Körner mit Blattkeimen unter $\frac{1}{2}$, von $\frac{1}{2}$, von $\frac{2}{3}$, von $\frac{3}{4}$ und über $\frac{3}{4}$ werden in Prozenten angegeben. Ebenso werden die nichtgekeimten Körner in Prozenten angeführt. Ihre Zahl darf 5% nicht übersteigen. Eine starke Blattkeimentwicklung entspricht einer guten Auflösung, jedoch einem niederen Hektolitergewicht. Sie bedingt eine leichte Verzuckerung und hohen Zuckergehalt des Extraktes. Es ist jedoch nicht ratsam, allein von der Blattkeimentwicklung auf die Güte eines Malzes zu schließen.

Blattkeim-
entwicklung.

Beispiel:

Körner mit Blattkeimentwicklung	}	unter $\frac{1}{2}$ Kornlänge: 2%	} gut.
		von $\frac{1}{2}$ Kornlänge: 7%	
		von $\frac{2}{3}$ Kornlänge: 50%	
		von $\frac{3}{4}$ Kornlänge: 39%	
		von $\frac{1}{1}$ Kornlänge: 2%	
		nicht gekeimt: 0%	

Ein gutes Malz soll einen angenehmen Geschmack und typischen aromatischen Geruch haben.

Geruch und
Reinheit.

Man achte auf Schimmelbildung, halbe Körner, Besenreiser, Steine usw.

Beispiel:

2% halbe Körner.

Geruch aromatisch.

Schimmelbildung nicht vorhanden.

b) Chemische Analyse.

Ca. 6—9 g fein geschrotenes Malz werden in einem Wasserbestimmung.
nicht zu hohen Wägegläschen in einem gut ziehenden Trockenschrank, am besten Toluolschrank, vier Stunden lang bei 105° C. erhitzt. Das Anheizen hat in der Art zu geschehen, daß erst nach Verlauf der ersten Stunde

100° erreicht sein dürfen. Nach dem Erhitzen muß das Wägegläschen bis zum vollständigen Erkalten im Exsikkator aufbewahrt werden.

Beispiel:

Wägegläschen + Malz	40,3930 g
Wägegläschen leer	31,2338 „
	<u> </u>
angewandt:	9,1592 g.
Vor dem Erhitzen	40,3930 „
Nach dem Erhitzen	40,0642 „
	<u> </u>
Gewichtsverlust:	0,3288 g.

Das Malz enthielt demnach 3,59⁰/₀ Wasser.

Sehr gutes Malz enthält. 1—3⁰/₀ Wasser.

Gutes Malz 3—5 „ Wasser.

Darüber ist zu beanstanden.

**Bestimmung des
Extraktgehaltes.**

50 g mittelfein geschrotenes Malz (Laboratoriums-Seck-Mühlen-Einstellung 25) werden in einem Maischbecher, dessen Gewicht man vorher auf der Tarierräge auf 2 Dezimalstellen ermittelt hat, mit 200 ccm 47° C warmen Wassers eingemaischt und in ein Wasserbad von 45° C gestellt. Die Temperatur der Maische wird sich auf 45° einstellen. Diese Temperatur hält man 1/2 Stunde lang genau inne. Nach dieser Zeit steigert man sie pro Minute um einen Grad C, so daß nach 25 Minuten 70° erreicht sind. Während des ganzen Maischprozesses ist es notwendig, das Maischgut gleichmäßig mit dem Thermometer umzürhren. Die Maische wird eine Stunde lang auf 70° C gehalten.

Die Verzuckerungszeit wird von der Minute an gerechnet, in welcher die Temperatur von 70° erreicht worden ist. 10 Minuten nach dieser Zeit wird die erste Jodprobe genommen. Aus der Maische bringt man mit Hilfe des Thermometers einen — möglichst treberfreien —

Tropfen auf eine Porzellanplatte und prüft diesen mit einem Tropfen Jodlösung¹⁾ auf noch vorhandene, unverzuckerte Stärke. Tritt Blaufärbung ein, so ist die Verzuckerung noch nicht beendet und man wiederholt die Probe von 5 zu 5 Minuten. Rotfärbung deutet auf Erythroextrin, das noch weiter auf Zucker abgebaut werden muß. Die Verzuckerung erfolgt bei normalen

Pilsener Malzen in . . . 7—10 Minuten.

Wiener Malzen in . . . 10—15 „

Münchener Malzen in . . . 15—25 „

Malze, die zu langsam verzuckern, haben entweder zu wenig Auflösung oder sind zu hoch abgedarrt. Ebenso verzuckern in der Regel alte Malze langsamer als frische.

Die Dauer der Verzuckerungszeit wird notiert und in der Analyse angeführt.

Hat man die Maische 1 Stunde lang auf 70° gehalten, so verdünnt man den Inhalt des Bechers mit ca. 160 ccm kaltem, destillierten Wasser, kühlt ihn schnell auf 17½° C ab und bringt ihn durch vorsichtiges Auffüllen mit destilliertem Wasser auf der Tarierwage auf 450 g. Man vergesse hierbei nicht, zu den 450 g noch das Gewicht des Bechers mit auf die Wageschale zu legen. Wäre also das am Anfang des Versuches ermittelte Gewicht des Bechers 190,95 g, so hat man demnach die Wageschale mit 190,95 + 450 g = 640,95 g zu belasten.

Nach dem Auffüllen und guten Umrühren wird der Inhalt durch ein Faltenfilter in einen hohen Standzylinder filtriert. Gewöhnlich läuft die Würze nicht beim ersten Male blank durchs Filter. Man gießt deshalb das Filtrat so oft in den Maischbecher zurück, bis die Flüssigkeit

¹⁾ Herstellung der Jodlösung: 2,5 g Jod, 5 g Jodkali in einem Liter destillierten Wassers gelöst.

blank und klar durchläuft. Bei manchen Malzen, die darum nicht immer minderwertig zu sein brauchen, läßt sich dies nicht immer erreichen, die Würze erscheint dann opalisierend oder gar trübe. Hiertüber macht man in der Analyse Angaben, eventuell auch, wie oft man hat zurückgießen müssen.

Den Extraktgehalt kann man entweder durch Abspindeln mit einem Normal-Saccharometer, dessen Teilung von 0—10 geht und dessen Prozente in Zwanzigstel geteilt sind — sehr genaue und brauchbare Saccharometer liefert die Firma Dr. Göckel, Berlin, — ermitteln oder, falls es auf genaues Arbeiten ankommt, mittelst Pyknometers.

Beispiel:

Eingemaischt um 9 Uhr 40 Min.

Von 9 Uhr 40 Min. bis 10 Uhr 10 Min. 45 °C.

Um 10 " 15 " 50 "

" 10 " 20 " 55 "

" 10 " 25 " 60 "

" 10 " 30 " 65 "

" 10 " 35 " 70 "

Von 10 " 35 " bis 11 Uhr 35 Min. 70 "

Um 10 " 45 " erste Tüpfelprobe: Blaufärbung.

" 10 " 50 " zweite Tüpfelprobe: schwach blau.

" 10 " 55 " dritte Tüpfelprobe: verzuckert.

Verzuckerungszeit 20 Minuten.

Berechnung des Extraktgehaltes.

a) Mit Hilfe des Saccharometers:

Die Saccharometeranzeige sei mit 8,4 % Balling gefunden. Die oben angeführte Bestimmung des Wassergehaltes ergab 3,59 %.

Aus diesen Angaben läßt sich der „Extrakt im Malz“ berechnen nach der Formel:

$$\text{Extrakt im Malz} = \frac{(800 + \text{Wassergehaltproz.}) \cdot \text{Ballingprozent}}{100 - \text{Ballingprozent}}$$

$$\text{In diesem Falle} = \frac{(800 + 3,59) \cdot 8,4}{100 - 8,4} = 73,69 \text{ ‰}$$

Hieraus läßt sich der „Extrakt in Trockensubstanz“ berechnen (der Wassergehalt sei mit 3,59 ‰ gefunden):

$$\begin{aligned} \text{Extrakt in Trockensubstanz} &= \\ &= \frac{\text{Extrakt im Malz} \cdot 100}{100 - \text{Wassergehaltprozent}} = \frac{73,69 \cdot 100}{100 - 3,59} = 76,44 \text{ ‰} \end{aligned}$$

b) Mit Hilfe des Pyknometers:

Bei genauen Bestimmungen bedient man sich des Pyknometers. Vor dem Einfüllen der Würze in das Pyknometer kühlt man diese ungefähr auf $17\frac{1}{2}^{\circ}\text{C}$ ab. Nach dem Einfüllen entfernt man den Überschuß an Würze mit einem zurechtgeschnittenen Streifen Filtrierpapier so weit, das der Meniskus der Würze noch $\frac{1}{2}$ cm über der Marke steht, und setzt das Pyknometer ca. $\frac{1}{2}$ Stunde lang in ein größeres Gefäß mit Wasser von genau $17\frac{1}{2}^{\circ}\text{C}$. Man achte darauf, daß der Wasserspiegel bis zur Marke des Pyknometers reicht. Nach dieser Zeit stellt man den unteren Meniskus der Würze genau auf die Marke ein, indem man einen dickeren Streifen Filtrierpapier fest in den Hals des Pyknometers eindreht und durch vorsichtiges Nachschieben langsam die Würze ansaugt. Beim Herausziehen achte man darauf, daß alle Papierfaserchen mit herausgezogen werden. Das Pyknometer fasse man nur an der obersten Halsspitze an, um es nicht zu erwärmen. Vor dem Wägen trockne man das Pyknometer mit einem nicht fasernden Tuche ab und lasse es $\frac{1}{2}$ Stunde bei der Wage stehen.

Beispiel:

$$\text{Pyknometer} + \text{Würze (} 17\frac{1}{2}^{\circ}\text{C)} \quad . . . = 69,6494 \text{ g}$$

$$\text{Pyknometer leer} \quad = 17,9270 \text{ „}$$

$$\text{Würze von } 17\frac{1}{2}^{\circ}\text{C} = \underline{51,7224 \text{ g}}$$

Pyknometer + Wasser ($17\frac{1}{2}^{\circ}\text{C}$) . . .	= 67,9530 g
Pyknometer leer	= 17,9270 „
	= 50,0260 g.

Demnach spezifisches Gewicht der Würze gleich

$$\frac{51,7224}{50,0260} = 1,0339.$$

1,0339 entspricht nach der Ballingschen Tabelle (s. Tab. I) 8,413 $\frac{0}{0}$ Extrakt. Um den „Extrakt im Malz“ und hieraus den „Extrakt in Trockensubstanz“ zu bestimmen, kann man die bei dem vorigen Beispiel angeführten Formeln benutzen, oder man bedient sich der für diesen Zweck von Windisch ausgerechneten Tabellen, die unter dem Namen: „Windisch, Untersuchung des Malzes auf Extraktgehalt nebst Ausbeutetabellen“ in dem Verlage von P. Parey, Berlin, erschienen sind.

Die Resultate ergeben auch hier:

Extrakt im Malz	73,60 $\frac{0}{0}$.
Extrakt in Trockensubstanz	76,44 $\frac{0}{0}$.

Sehr gutes Malz besitzt in Trockensubstanz	78—80 $\frac{0}{0}$ E.
Gutes Malz	76—78 $\frac{0}{0}$ „
Mittleres Malz	75—76 $\frac{0}{0}$ „
Minderwertiges Malz	73—75 $\frac{0}{0}$ „

Farbbestimmung
der Würze.

In eine 250 ccm fassende Flasche mit geradgeschliffenen Wänden¹⁾ gibt man 200 ccm der auf Farbtiefe zu prüfenden Würze und in eine zweite, ebenso beschaffene Flasche 200 ccm destillierten Wassers. In letzteres läßt man aus einer Bürette so lange $\frac{1}{10}$ n. Jodlösung zutropfen, bis die Farbtöne in beiden Flaschen gleich geworden sind.

Das Beobachten, das in der ersten Zeit einige Schwierigkeiten bereitet, läßt sich dadurch erleichtern, daß man

¹⁾ Zu beziehen von der Glasbläserei der Versuchs- und Lehranstalt für Brauerei, Berlin N. 65.

I.

Tabelle

über das Verhältnis zwischen spezifischem Gewicht und Extraktgehalt nach Balling.

Spez. Gewicht	Proz. Extrakt.	Spez. Gewicht	Proz. Extrakt.	Spez. Gewicht	Proz. Extrakt.
1,0000	0,000	1,0031	0,775	1,0062	1,550
1	25	2	0,800	3	75
2	50	3	25	4	1,600
3	75	4	50	5	25
4	0,100	5	75	6	50
5	25	6	0,900	7	75
6	50	7	25	8	1,700
7	75	8	50	9	25
8	0,200	9	75	1,0070	50
9	25	1,0040	1,000	1	75
1,0010	50	1	25	2	1,800
1	75	2	50	3	25
2	0,300	3	75	4	50
3	25	4	1,100	5	75
4	50	5	25	6	1,900
5	75	6	50	7	25
6	0,400	7	75	8	50
7	25	8	1,200	9	75
8	50	9	25	1,0080	2,000
9	75	1,0050	50	1	25
1,0020	0,500	1	75	2	50
1	25	2	1,300	3	75
2	50	3	25	4	2,100
3	75	4	50	5	25
4	0,600	5	75	6	50
5	25	6	1,400	7	75
6	50	7	25	8	2,200
7	75	8	50	9	25
8	0,700	9	75	1,0090	50
9	25	1,0060	1,500	1	75
1,0030	50	1	25	2	2,300

I. Tabelle.

Verhältnis zwischen spezifischem Gewicht und Extraktgehalt.

Spez. Gewicht	Proz. Extrakt.	Spez. Gewicht	Proz. Extrakt.	Spez. Gewicht	Proz. Extrakt.
1,0093	2,325	1,0127	3,175	1,0161	4,025
4	50	8	3,200	2	50
5	75	9	25	3	75
6	2,400	1,0130	50	4	4,100
7	25	1	75	5	25
8	50	2	3,300	6	50
9	75	3	25	7	75
1,0100	2,500	4	50	8	4,200
1	25	5	75	9	25
2	50	6	3,400	1,0170	50
3	75	7	25	1	75
4	2,600	8	50	2	4,300
5	25	9	75	3	25
6	50	1,0140	3,500	4	50
7	75	1	25	5	75
8	2,700	2	50	6	4,400
9	25	3	75	7	25
1,0110	50	4	3,600	8	50
1	75	5	25	9	75
2	2,800	6	50	1,0180	4,500
3	25	7	75	1	25
4	50	8	3,700	2	50
5	75	9	25	3	75
6	2,900	1,0150	50	4	4,600
7	25	1	75	5	25
8	50	2	3,800	6	50
9	75	3	25	7	75
1,0120	3,000	4	50	8	4,700
1	25	5	75	9	25
2	50	6	3,900	1,0190	50
3	75	7	25	1	75
4	3,100	8	50	2	4,800
5	25	9	75	3	25
6	50	1,0160	4,000	4	50

I. Tabelle.

Verhältnis zwischen spezifischem Gewicht und Extraktgehalt.

Spez. Gewicht	Proz. Extrakt.	Spez. Gewicht	Proz. Extrakt.	Spez. Gewicht	Proz. Extrakt.
1,0195	4,875	1,0229	5,725	1,0263	6,560
6	4,900	1,0230	50	4	84
7	25	1	75	5	6,609
8	50	2	5,800	6	33
9	75	3	25	7	57
1,0200	5,000	4	50	8	81
1	25	5	75	9	6,706
2	50	6	5,900	1,0270	31
3	75	7	25	1	56
4	5,100	8	50	2	80
5	25	9	75	3	6,804
6	50	1,0240	6,000	4	28
7	75	1	24	5	53
8	5,200	2	48	6	77
9	25	3	73	7	6,901
1,0210	50	4	97	8	25
1	75	5	6,122	9	50
2	5,300	6	46	1,0280	75
3	25	7	70	1	7,000
4	50	8	95	2	24
5	75	9	6,219	3	48
6	5,400	1,0250	44	4	73
7	25	1	68	5	97
8	50	2	92	6	7,122
9	75	3	6,316	7	46
1,0220	5,500	4	41	8	70
1	25	5	65	9	95
2	50	6	89	1,0290	7,219
3	75	7	6,413	1	44
4	5,600	8	38	2	68
5	25	9	63	3	92
6	50	1,0260	88	4	7,316
7	75	1	6,512	5	41
8	5,700	2	36	6	65

I. Tabelle.

Verhältnis zwischen spezifischem Gewicht und Extraktgehalt.

Spez. Gewicht	Proz. Extrakt.	Spez. Gewicht	Proz. Extrakt.	Spez. Gewicht	Proz. Extrakt.
1,0297	7,389	1,0331	8,219	1,0365	9,048
8	7,413	2	44	6	73
9	38	3	68	7	97
1,0300	63	4	92	8	9,122
1	88	5	8,316	9	46
2	7,512	6	41	1,0370	70
3	36	7	65	1	95
4	60	8	89	2	9,219
5	84	9	8,413	3	44
6	7,609	1,0340	38	4	68
7	33	1	63	5	92
8	57	2	88	6	9,316
9	81	3	8,512	7	41
1,0310	7,706	4	36	8	65
1	31	5	60	9	89
2	56	6	84	1,0380	9,413
3	80	7	8,609	1	38
4	7,804	8	33	2	63
5	28	9	57	3	88
6	53	1,0350	81	4	9,512
7	77	1	8,706	5	36
8	7,901	2	31	6	60
9	25	3	56	7	84
1,0320	50	4	80	8	9,609
1	75	5	8,804	9	33
2	8,000	6	28	1,0390	57
3	24	7	53	1	81
4	48	8	77	2	9,706
5	73	9	8,901	3	31
6	97	1,0360	25	4	56
7	8,122	1	50	5	80
8	46	2	75	6	9,804
9	70	3	9,000	7	28
1,0330	95	4	24	8	53

I. Tabelle.

Verhältnis zwischen spezifischem Gewicht und Extraktgehalt.

Spez. Gewicht	Proz. Extrakt.	Spez. Gewicht	Proz. Extrakt.	Spez. Gewicht	Proz. Extrakt.
1,0399	9,877	1,0433	10,690	1,0467	11,500
1,0400	9,901	4	10,714	8	23
1	25	5	38	9	47
2	50	6	61	1,0470	71
3	75	7	85	1	95
4	10,000	8	10,809	2	11,619
5	23	9	33	3	42
6	47	1,0440	57	4	66
7	71	1	81	5	90
8	95	2	10,904	6	11,714
9	10,119	3	28	7	38
1,0410	42	4	52	8	61
1	66	5	76	9	85
2	90	6	11,000	1,0480	11,809
3	10,214	7	23	1	33
4	38	8	47	2	57
5	61	9	71	3	81
6	85	1,0450	95	4	11,904
7	10,309	1	11,119	5	28
8	33	2	42	6	52
9	57	3	66	7	76
1,0420	81	4	90	8	12,000
1	10,404	5	11,214	9	23
2	28	6	38	1,0490	47
3	52	7	61	1	71
4	76	8	85	2	95
5	10,500	9	11,309	3	12,119
6	23	1,0460	33	4	42
7	47	1	57	5	66
8	71	2	81	6	90
9	95	3	11,404	7	12,214
1,0430	10,619	4	28	8	38
1	42	5	52	9	61
2	66	6	76	1,0500	85

I. Tabelle.

Verhältnis zwischen spezifischem Gewicht und Extraktgehalt.

Spez. Gewicht	Proz. Extrakt.	Spez. Gewicht	Proz. Extrakt.	Spez. Gewicht	Proz. Extrakt.
1,0501	12,309	1,0535	13,119	1,0569	13,928
2	33	6	42	1,0570	52
3	57	7	66	1	76
4	81	8	90	2	14,000
5	12,404	9	13,214	3	23
6	28	1,0540	38	4	47
7	52	1	61	5	71
8	76	2	85	6	95
9	12,500	3	13,309	7	14,119
1,0510	23	4	33	8	42
1	47	5	57	9	66
2	71	6	81	1,0580	90
3	95	7	13,404	1	14,214
4	12,619	8	28	2	38
5	42	9	52	3	61
6	66	1,0550	76	4	85
7	90	1	13,500	5	14,309
8	12,714	2	23	6	33
9	38	3	47	7	57
1,0520	61	4	71	8	81
1	85	5	95	9	14,404
2	12,809	6	13,619	1,0590	28
3	33	7	42	1	52
4	57	8	66	2	76
5	81	9	90	3	14,500
6	12,904	1,0560	13,714	4	23
7	28	1	38	5	47
8	52	2	61	6	71
9	76	3	85	7	95
1,0530	13,000	4	13,809	8	14,619
1	23	5	33	9	42
2	47	6	57	1,0600	66
3	71	7	81	1	90
4	95	8	13,904	2	14,714

I. Tabelle.

Verhältnis zwischen spezifischem Gewicht und Extraktgehalt.

Spez. Gewicht	Proz. Extrakt.	Spez. Gewicht	Proz. Extrakt.	Spez. Gewicht	Proz. Extrakt.
1,0603	14,738	1,0637	15,534	1,0671	16,325
4	61	8	57	2	48
5	85	9	81	3	71
6	14,809	1,0640	15,604	4	95
7	33	1	27	5	16,418
8	57	2	50	6	41
9	81	3	74	7	64
1,0610	14,904	4	97	8	88
1	28	5	15,721	9	16,511
2	52	6	44	1,0680	34
3	76	7	67	1	57
4	15,000	8	90	2	81
5	23	9	15,814	3	16,604
6	46	1,0650	37	4	27
7	70	1	60	5	50
8	93	2	83	6	74
9	15,116	3	15,907	7	97
1,0620	39	4	30	8	16,721
1	62	5	53	9	44
2	86	6	76	1,0690	67
3	15,209	7	16,000	1	90
4	32	8	23	2	16,814
5	55	9	46	3	37
6	78	1,0660	70	4	60
7	15,302	1	93	5	83
8	25	2	16,116	6	16,907
9	48	3	39	7	30
1,0630	71	4	62	8	53
1	95	5	86	9	76
2	15,418	6	16,209	1,0700	17,000
3	41	7	32	1	22
4	64	8	55	2	45
5	88	9	78	3	67
6	15,511	1,0670	16,302	4	90

I. Tabelle.

Verhältnis zwischen spezifischem Gewicht und Extraktgehalt.

Spez. Gewicht	Proz. Extrakt.	Spez. Gewicht	Proz. Extrakt.	Spez. Gewicht	Proz. Extrakt.
1,0705	17,113	1,0737	17,841	1,0769	18,569
6	36	8	63	1,0770	90
7	58	9	86	1	18,613
8	81	1,0740	17,909	2	36
9	17,204	1	31	3	59
1,0710	27	2	54	4	81
1	50	3	77	5	18,704
2	72	4	18,000	6	27
3	95	5	22	7	50
4	17,318	6	45	8	72
5	40	7	67	9	95
6	63	8	90	1,0780	18,818
7	86	9	18,113	1	41
8	17,409	1,0750	37	2	63
9	31	1	58	3	86
1,0720	54	2	81	4	18,909
1	77	3	18,204	5	31
2	17,500	4	27	6	54
3	22	5	50	7	77
4	45	6	72	8	19,000
5	68	7	95	9	22
6	90	8	18,318	1,0790	45
7	17,613	9	40	1	67
8	36	1,0760	53	2	90
9	59	1	86	3	19,113
1,0730	81	2	18,409	4	36
1	17,704	3	31	5	58
2	27	4	54	6	81
3	50	5	77	7	19,204
4	72	6	18,500	8	27
5	95	7	22	9	50
6	17,818	8	45	1,0800	72

die Flaschen, die am besten einen rechteckigen Querschnitt haben, einmal mit den großen Flächen beim Durchschauen zusammenhält, das andere Mal mit den kleinen Flächen. Auf diese Weise sieht das Auge das erste Mal durch eine dickere Schicht als beim zweiten Male und hat dadurch bei der Beurteilung eine Kontrolle. Hat man Farbgleichheit erreicht, so liest man die verbrauchten Kubikzentimeter Jodlösung ab und berechnet sich durch Division mit 2 und Multiplikation mit 10 die „Farbe“ der Würze.

Die Farbe der Würze soll betragen nach den Vereinbarungen des Wiener Kongresses für:

Pilsener Malz . .	0,1—0,18 ccm	$\frac{1}{10}$ n. Jodlösung ¹⁾ ,
Wiener Malz . .	0,3—0,4	„ $\frac{1}{10}$ „ „
Münchener Malz .	0,6—0,8	„ $\frac{1}{10}$ „ „

oder auf 12 ‰ige Würze berechnet:

Pilsener Malz . .	0,15—0,25 ccm	$\frac{1}{10}$ n. Jodlösung,
Wiener Malz . .	0,4—0,6	„ $\frac{1}{10}$ „ „
Münchener Malz .	0,9—1,2	„ $\frac{1}{10}$ „ „

Um die Farben verschiedener Würzen von verschiedenem Extraktgehalt miteinander vergleichen zu können, rechnet man die Farbe auf 100 ‰ Extrakt um und erhält so den „Farbtypus“.

Beispiel:

Auf 200 ccm Wasser wurden 0,4 $\frac{1}{10}$ n. Jodlösung verbraucht.

Auf 100 ccm Wasser werden demnach 0,2 $\frac{1}{10}$ n. Jodlösung oder 2,0 $\frac{1}{100}$ n. Jodlösung verbraucht.

Die Farbe der Würze war also 2.

Die Saccharometeranzeige ergab 8,413 ‰ Balling.

8,413 ‰ entsprachen 2 ccm $\frac{1}{100}$ n. Jodlösung.

¹⁾ Verbraucht auf 100 ccm der bei der Extraktbestimmung gewonnenen Würze.

100 % entsprechen also $\frac{2 \cdot 100}{8,413} = 23,7$ oder rund 24.

Der „Farbtypus“ war in diesem Falle **24**.

Es haben:

Helle, lichtgelbe Biere (Pilsener)	18—20	Farbtypus.
Helle	20—25	„
Gelbe	25—33	„
Sattgelbe	33—40	„
Hellgoldgelbe	40—50	„
Goldgelbe	50—60	„
Braungelbe	60—70	„
Braune	70—90	„

Bestimmung der Fehlingsche Lösung reduzierenden Substanzen (Rohmaltose) in der Würze. 30 ccm der Laboratoriumswürze werden mit Wasser in einem Meßkolben auf 200 ccm aufgefüllt, da nach Soxhlet die Würzen für exakte Maltosebestimmungen nur 0,6—1 % Maltose enthalten dürfen, und gut durchgeschüttelt, um eine gleichmäßig verdünnte Lösung zu erhalten. Aus einer Pipette läßt man genau 25 ccm dieser verdünnten Würze in 50 ccm kochende Fehlingsche Lösung fließen, die sich in einer Porzellanschale mit Deckel von 13 cm lichter Weite und ca. 350 ccm Fassungsraum befindet. Man erhitzt wieder zum Kochen, hält von diesem Augenblicke an das Gemisch genau 4 Minuten lang im Sieden und filtriert sofort durch ein Soxhletsches Asbestfiltrerröhrchen. Ein Teil des Kupfersulfates der Fehlingschen Lösung ist durch die Maltose zu rotem Kupferoxydul reduziert worden. Beim Absaugen wäscht man dasselbe mit heißem Wasser nach und trocknet den Niederschlag durch Zugießen von wenig Alkohol und Äther. — Das Gewicht des Asbestfiltrerröhrchens hatte man vor Beginn des Versuches nach dem Ausglühen desselben und Abkühlenlassen im Exsikkator genau bestimmt. — Das Filtrerröhrchen wird nun vorsichtig in horizontaler Lage eingespannt und schwach erhitzt, um

eventuell vorhandene organische Substanz zu Kohlendioxyd zu verbrennen. Das Kupferoxydul geht hierbei in Kupferoxyd über. Alsdann wird die weite Öffnung des Filterröhrchens durch zwei hintereinander geschaltete Waschflaschen mit einem Wasserstoffapparat verbunden. Die erste Waschflasche enthält eine alkalische Kaliumpermanganatlösung, da fast keine Zinksorte frei von Arsen ist, die zweite, mit dem Filterröhrchen verbundene Waschflasche enthält konzentrierte Schwefelsäure, um das Gas zu trocknen. Unter gelindem Erhitzen — es genügen schon 135° — wird im Wasserstrom das Kupferoxyd zu Kupfer reduziert. Ist die Reduktion beendet, so läßt man im Wasserstoffstrome erkalten und bestimmt das so erhaltene metallische Kupfer durch Wägung. Dasselbe entspricht nach der Tabelle von Wein¹⁾ (s. Tab. II) einer bestimmten Menge Maltose, die in der Analyse als „Rohmaltose“ angegeben wird.

Bei der Beschickung des Filterröhrchens sei darauf hingewiesen, daß der käufliche Asbest vor dem Gebrauche durch Schlämmen gereinigt und folgeweise mit 25%iger Natronlauge, Wasser, Salpetersäure von 1,05—1,1 spezifischem Gewicht und Wasser ausgekocht werden muß. In die sich verjüngende Glasröhre wird zunächst etwas Glaswolle hineingedrückt und der Asbest ca. 10 mm hoch darauf geschichtet. An Stelle des Soxhletschen Asbestfilterröhrchens kann man sich eines quantitativen Filters bedienen, denselben im Platin- oder Roseschen Tiegel veraschen und den Inhalt im Wasserstoffstrom reduzieren.

Beispiel:

Filterröhrchen + Kupfer	= 14,233 g
Filterröhrchen leer	= 14,002 „
	Kupfer = 0,231 g.

¹⁾ Tabellen zur quantitativen Bestimmung der Zuckersorten M. Waag, Stuttgart.

Diese 0,231 g Kupfer entsprechen nach der Tabelle von „Wein“ 0,2038 g Maltose und waren in den angewandten 25 ccm verdünnter Würze enthalten.

25 ccm verdünnter Würze waren der 8. Teil von 200 ccm verdünnter Würze oder auch der 8. Teil von den aufgefüllten 30 ccm unverdünnter Würze. 30 ccm unverdünnter Würze enthielten also $8 \cdot 0,2038 = 1,6304$ g Maltose. 100 ccm unverdünnter Würze enthalten demnach:

$$\frac{1,6304 \cdot 100}{30} = 5,435 \text{ g Maltose.}$$

Um die Gewichtsprocente Maltose, also Gramm Maltose in 100 g Würze zu ermitteln, muß man die Gramm Maltose, die in 100 ccm Würze enthalten sind, durch das spezifische Gewicht der Würze dividieren.

Das spezifische Gewicht der Würze war mit 1,0339, entsprechend 8,413 % Balling, gefunden worden.

Demnach Gewichtsprocente Maltose in 100 g unverdünnter Würze gleich:

$$\frac{5,435}{1,0339} = 5,256 \text{ \%}.$$

Die angewandte Würze enthielt 8,413 % Extrakt. Hieraus berechnet sich Maltose in 100 g Extrakt gleich:

$$\frac{5,256 \cdot 100}{8,413} = 62,47 \text{ \% Maltose,}$$

die man in der Analyse als „Rohmaltose“ anführt, da in der Würze noch andere Zuckerarten, wie Rohrzucker, Invertzucker usw. außer Maltose vertreten sind.

**Bestimmung des
Dextrins.**

Das in der Würze enthaltene Dextrin muß zunächst in Dextrose (Traubenzucker) umgewandelt und als solche bestimmt werden. 25 ccm Würze werden im Meßkolben mit Wasser auf 200 ccm aufgefüllt. Diese 200 ccm verdünnte Würze werden alsdann im Glaskolben mit 20 ccm einer Salzsäure von 1,125 spezifischem Gewicht versetzt und

II.

Tabelle

zur Bestimmung der Maltose nach E. Wein.

mg Kupfer	mg Maltose	mg Kupfer	mg Maltose	mg Kupfer	mg Maltose	mg Kupfer	mg Maltose	mg Kupfer	mg Maltose
30	25,3	59	50,4	88	75,9	117	101,7	146	127,8
31	26,1	60	51,3	89	76,8	118	102,6	147	128,7
32	27,0	61	52,2	90	77,7	119	103,5	148	129,6
33	27,9	62	53,1	91	78,6	120	104,4	149	130,5
34	28,7	63	53,9	92	79,5	121	105,3	150	131,4
35	29,6	64	54,8	93	80,3	122	106,2	151	132,3
36	30,5	65	55,7	94	81,2	123	107,1	152	133,2
37	31,3	66	56,6	95	82,1	124	108,0	153	134,1
38	32,2	67	57,4	96	83,0	125	108,9	154	135,0
39	33,1	68	58,3	97	83,9	126	109,8	155	135,9
40	33,9	69	59,2	98	84,8	127	110,7	156	136,8
41	34,8	70	60,1	99	85,7	128	111,6	157	137,7
42	35,7	71	61,0	100	86,6	129	112,5	158	138,6
43	36,5	72	61,8	101	87,5	130	113,4	159	139,5
44	37,4	73	62,7	102	88,4	131	114,3	160	140,4
45	38,3	74	63,6	103	89,2	132	115,2	161	141,3
46	39,1	75	64,5	104	90,1	133	116,1	162	142,2
47	40,0	76	65,4	105	91,0	134	117,0	163	143,1
48	40,9	77	66,2	106	91,9	135	117,9	164	144,0
49	41,8	78	67,1	107	92,8	136	118,8	165	144,9
50	42,6	79	68,0	108	93,7	137	119,7	166	145,8
51	43,5	80	68,9	109	94,6	138	120,6	167	146,7
52	44,4	81	69,7	110	95,5	139	121,5	168	147,6
53	45,2	82	70,6	111	96,4	140	122,4	169	148,5
54	46,1	83	71,5	112	97,3	141	123,3	170	149,4
55	47,0	84	72,4	113	98,1	142	124,2	171	150,3
56	47,8	85	73,2	114	99,0	143	125,1	172	151,2
57	48,7	86	74,1	115	99,9	144	126,0	173	152,0
58	49,6	87	75,0	116	100,8	145	126,9	174	152,9

die Mischung 3 Stunden lang auf dem Wasserbade am Rückflußkühler oder Steigrohr erhitzt. Nach dem Abkühlen neutralisiert man vorsichtig mit Natronlauge und füllt auf 500 ccm mit Wasser auf. Maltose und Dextrin sind nun in Dextrose (Traubenzucker) übergeführt. Nach gutem Durchschütteln und Filtrieren der 500 ccm entnimmt man von dem Filtrate 25 ccm zur Dextrosebestimmung nach Allihn.

60 ccm einer Fehlingschen Lösung (173 g Seignettesalz in 400 ccm Wasser gelöst und 100 ccm Natronlauge [516 g Ätznatron im Liter] zu $\frac{1}{2}$ l aufgefüllt und 69,278 g Kupfersulfat zu einem Liter gelöst) und 60 ccm Wasser werden zum Sieden erhitzt. 25 ccm des Filtrates werden aus einer Pipette hinzugegeben. Vom Augenblick des Wiederkochens an gerechnet erhält man das Gemisch genau 2 Minuten lang im Sieden. Das ausgeschiedene Kupferoxydul wird sofort, wie oben bei der Rohmaltosebestimmung, durch ein Asbestfiltrerröhrchen filtriert, mit heißem Wasser nachgewaschen, mit wenig Alkohol und Äther getrocknet, im Wasserstoffstrom reduziert und das metallische Kupfer durch Wägung bestimmt. Zur Berechnung der Dextrose (Traubenzucker) dient die Tabelle von F. Allihn.

Beispiel:

Asbestfiltrerröhrchen + Kupfer	16,455 g
Asbestfiltrerröhrchen leer	16,246 „
	<hr/>
Kupfer	0,209 g.

0,209 g Kupfer entsprechen nach der Allihnschen Tabelle (s. Tab. III) 0,1074 g Dextrose und sind in 25 ccm verdünnter Würze enthalten. Demnach sind in 500 ccm verdünnter = 25 ccm unverdünnter, aufgefüllter Würze $20 \cdot 0,1074 = 2,148$ g Dextrose. Hieraus berechnen sich für 100 ccm unverdünnter Würze 8,592 g Dextrose. Um

die Gewichtsprocente Dextrose, also Anzahl der Gramme Dextrose in 100 g Würze, zu ermitteln, muß man die Gramm Dextrose, die in 100 ccm Würze enthalten sind, durch das spezifische Gewicht derselben dividieren. Das spezifische Gewicht sei mit 1,0339 gefunden.

Gewichtsprocente Dextrose in 100 g unverdünnter Würze:

$$\frac{8,592}{1,0339} = 8,31 \text{ } \%.$$

Die vorausgegangene Rohmaltosebestimmung ergab 5,256 g Rohmaltose in 100 g Würze, die bei der Behandlung mit Salzsäure in Dextrose übergeführt worden waren. Um also den Wert für die aus dem Dextrin erzeugte Dextrose zu erhalten, muß man die Rohmaltose, nachdem man sie auf Dextrose umgerechnet hat, von der Gesamtdextrose abziehen. Da nun 19 Teile Maltose 20 Teilen Dextrose entsprechen, ergeben 5,256 g Maltose:

$$\frac{20 \cdot 5,256}{19} = 5,533 \text{ g Dextrose.}$$

Es bleiben demnach für in Dextrose verwandeltes Dextrin nur $8,31 - 5,533 = 2,777$ g Dextrose übrig, die, nach der Angabe von Wein, mit dem Faktor 0,9 multipliziert, 2,4993 g Dextrin ergeben. Nach Ost entsprechen 10 Teile Dextrose 9,25 Teilen Dextrin, so daß der Faktor 0,925 in Anwendung käme. Da die Werte für Dextrin dadurch größer werden — für diesen Fall 2,5687 g Dextrin — gibt man in der Analyse zweckmäßig an, mit welchem Faktor man gerechnet hat.

Bestimmung des
Aschengehaltes:
a) in der Würze,
b) im kalten
Malzauszug.

ad a. 50 ccm Würze läßt man vor dem Eindampfen in einer gewogenen Platinschale mit sehr wenig Hefe vergären, um beim Veraschen möglichst wenig Kohlenstoff zu erhalten, da durch die Gärung die Kohlehydrate in Wasser und Kohlensäure übergeführt werden. Der nach dem Ein-

III.
Tabelle
zur Bestimmung des Traubenzuckers (Dextrose)
nach F. Allihn.

mg Kupfer	mg Dextrose	mg Kupfer	mg Dextrose	mg Kupfer	mg Dextrose	mg Kupfer	mg Dextrose
10	6,1	38	19,9	66	33,8	94	47,9
11	6,6	39	20,4	67	34,3	95	48,4
12	7,1	40	20,9	68	34,8	96	48,9
13	7,6	41	21,4	69	35,3	97	49,4
14	8,1	42	21,9	70	35,8	98	49,9
15	8,6	43	22,4	71	36,3	99	50,4
16	9,0	44	22,9	72	36,8	100	50,9
17	9,5	45	23,4	73	37,3	101	51,4
18	10,0	46	23,9	74	37,8	102	51,9
19	10,5	47	24,4	75	38,3	103	52,4
20	11,0	48	24,9	76	38,8	104	52,9
21	11,5	49	25,4	77	39,3	105	53,5
22	12,0	50	25,9	78	39,8	106	54,0
23	12,5	51	26,4	79	40,3	107	54,5
24	13,0	52	26,9	80	40,8	108	55,0
25	13,5	53	27,4	81	41,3	109	55,5
26	14,0	54	27,9	82	41,8	110	56,0
27	14,5	55	28,4	83	42,3	111	56,5
28	15,0	56	28,8	84	42,8	112	57,0
29	15,5	57	29,3	85	43,4	113	57,5
30	16,0	58	29,8	86	43,9	114	58,0
31	16,5	59	30,3	87	44,4	115	58,6
32	17,0	60	30,8	88	44,9	116	59,1
33	17,5	61	31,3	89	45,4	117	59,6
34	18,0	62	31,8	90	45,9	118	60,1
35	18,5	63	32,3	91	46,4	119	60,6
36	18,9	64	32,8	92	46,9	120	61,1
37	19,4	65	33,3	93	47,4	121	61,6

III. Tabelle.
Bestimmung des Traubenzuckers (Dextrose).

mg Kupfer	mg Dextrose	mg Kupfer	mg Dextrose	mg Kupfer	mg Dextrose	mg Kupfer	mg Dextrose
122	62,1	153	78,1	184	94,2	215	110,6
123	62,6	154	78,6	185	94,7	216	111,1
124	63,1	155	79,1	186	95,2	217	111,6
125	63,7	156	79,6	187	95,7	218	112,1
126	64,2	157	80,1	188	96,3	219	112,7
127	64,7	158	80,7	189	96,8	220	113,2
128	65,2	159	81,2	190	97,3	221	113,7
129	65,7	160	81,7	191	97,8	222	114,3
130	66,2	161	82,2	192	98,4	223	114,8
131	66,7	162	82,7	193	98,9	224	115,3
132	67,2	163	83,3	194	99,4	225	115,9
133	67,7	164	83,8	195	100,0	226	116,4
134	68,2	165	84,3	196	100,5	227	116,9
135	68,8	166	84,8	197	101,0	228	117,4
136	69,3	167	85,3	198	101,5	229	118,0
137	69,8	168	85,9	199	102,0	230	118,5
138	70,3	169	86,4	200	102,6	231	119,0
139	70,8	170	86,9	201	103,2	232	119,6
140	71,3	171	87,4	202	103,7	233	120,1
141	71,8	172	87,9	203	104,2	234	120,7
142	72,3	173	88,5	204	104,7	235	121,2
143	72,9	174	89,0	205	105,3	236	121,7
144	73,4	175	89,5	206	105,8	237	122,3
145	73,9	176	90,0	207	106,3	238	122,8
146	74,4	177	90,5	208	106,8	239	123,4
147	74,9	178	91,1	209	107,4	240	123,9
148	75,5	179	91,6	210	107,9	241	124,4
149	76,0	180	92,1	211	108,4	242	125,0
150	76,5	181	92,6	212	109,0	243	125,5
151	77,0	182	93,1	213	109,5	244	126,0
152	77,5	183	93,7	214	110,0	245	126,6

III. Tabelle.
Bestimmung des Traubenzuckers (Dextrose).

mg Kupfer	mg Dextrose	mg Kupfer	mg Dextrose	mg Kupfer	mg Dextrose	mg Kupfer	mg Dextrose
246	127,1	277	143,9	308	160,9	339	178,1
247	127,6	278	144,4	309	161,5	340	178,7
248	128,1	279	145,0	310	162,0	341	179,3
249	128,7	280	145,5	311	162,6	342	179,8
250	129,2	281	146,1	312	163,1	343	180,4
251	129,7	282	146,6	313	163,7	344	180,9
252	130,3	283	147,2	314	164,2	345	181,5
253	130,8	284	147,7	315	164,8	346	182,1
254	131,4	285	148,3	316	165,3	347	182,6
255	131,9	286	148,8	317	165,9	348	183,2
256	132,4	287	149,4	318	166,4	349	183,7
257	133,0	288	149,9	319	167,0	350	184,3
258	133,5	289	150,5	320	167,5	351	184,9
259	134,1	290	151,0	321	168,1	352	185,4
260	134,6	291	151,6	322	168,6	353	186,0
261	135,1	292	152,1	323	169,2	354	186,6
262	135,7	293	152,7	324	169,7	355	187,2
263	136,2	294	153,2	325	170,3	356	187,7
264	136,8	295	153,8	326	170,9	357	188,3
265	137,3	296	154,3	327	171,4	358	188,9
266	137,8	297	154,9	328	172,0	359	189,4
267	138,4	298	155,4	329	172,5	360	190,0
268	138,9	299	156,0	330	173,1	361	190,6
269	139,5	300	156,5	331	173,7	362	191,1
270	140,0	301	157,1	332	174,2	363	191,7
271	140,6	302	157,6	333	174,8	364	192,3
272	141,1	303	158,2	334	175,3	365	192,9
273	141,7	304	158,7	335	175,9	366	193,4
274	142,2	305	159,3	336	176,5	367	194,0
275	142,8	306	159,8	337	177,0	368	194,6
276	143,3	307	160,4	338	177,6	369	195,1

III. Tabelle.
Bestimmung des Traubenzuckers (Dextrose).

mg Kupfer	mg Dextrose	mg Kupfer	mg Dextrose	mg Kupfer	mg Dextrose	mg Kupfer	mg Dextrose
370	195,7	394	209,4	418	223,3	441	236,9
371	196,3	395	210,0	419	223,9	442	237,5
372	196,8	396	210,6	420	224,5	443	238,1
373	197,4	397	211,2	421	225,1	444	238,7
374	198,0	398	211,7	422	225,7	445	239,3
375	198,6	399	212,3	423	226,3	446	239,8
376	199,1	400	212,9	424	226,9	447	240,4
377	199,7	401	213,5	425	227,5	448	241,0
378	200,3	402	214,1	426	228,0	449	241,6
379	200,8	403	214,6	427	228,6	450	242,2
380	201,4	404	215,2	428	229,2	451	242,8
381	202,0	405	215,8	429	229,8	452	243,4
382	202,5	406	216,4	430	230,4	453	244,0
383	203,1	407	217,0	431	231,0	454	244,6
384	203,7	408	217,5	432	231,6	455	245,2
385	204,3	409	218,1	433	232,2	456	245,7
386	204,8	410	218,7	434	232,8	457	246,3
387	205,4	411	219,3	435	233,4	458	246,9
388	206,0	412	219,9	436	233,9	459	247,5
389	206,5	413	220,4	437	234,5	460	248,1
390	207,1	414	221,0	438	235,1	461	248,7
391	207,7	415	221,6	439	235,7	462	249,3
392	208,3	416	222,2	440	236,3	463	249,9
393	208,8	417	222,8				

dampfen erhaltene Rückstand wird langsam bis zum konstanten Gewicht geglüht. Es genügt Rotglühhitze. Aus dem Gewicht der Platinschale mit Inhalt minus dem Gewicht der Platinschale erhält man, mit 2 multipliziert, den Prozentgehalt Asche in der Würze. Dieser Aschengehalt wird für 100 g Extrakt umgerechnet, um die Möglichkeit zu haben, verschiedene Malze, die Würzen verschiedenen Extraktgehaltes liefern, auf ihren Aschengehalt hin vergleichen zu können.

Beispiel:

Platinschale + Asche	= 28,1540 g
Platinschale leer	= 28,0884 „
	Asche = 0,0656 g.

Diese 0,0656 g Asche resultieren aus 50 ccm Würze. 100 ccm Würze entsprechen demnach 0,1312 g Asche. Da das spezifische Gewicht der Würze 1,0339 (gleich 8,413 %o Balling) beträgt (s. S. 12), so sind in 100 g 8,413 %oiger Würze $\frac{0,1312}{1,0339} = 0,1269$ g Asche oder in 100 g 100 %oiger Würze, d. i. in 100 g Extrakt, $\frac{0,1269 \cdot 100}{8,413} = 1,508$ g = %o Asche.

ad b. 25 g geschrotenes Malz werden mit 250 ccm destilliertem Wasser übergossen, 3 Stunden lang digeriert und der Auszug filtriert. Von dem Filtrate werden 100 ccm in einer gewogenen Platinschale eingedampft und langsam bis zum konstanten Gewicht geglüht. Aus dem Gewicht der Platinschale mit Inhalt minus dem Gewicht der Platinschale erhält man, mit 10 multipliziert, den Prozentgehalt der in kaltem Wasser löslichen Asche in 100 g Malz. Der Aschengehalt wird auf Trockensubstanz umgerechnet, um mit anderen Malzen Vergleiche ziehen zu können.

Beispiel:

Platinschale + Asche	= 28,1882 g
Platinschale leer	= 28,0884 „
	Asche = 0,0998 g.

100 ccm Filtrat, entsprechend 10 g Malz, ergeben 0,0998 g Asche, 100 g Malzschrot demnach 0,998 g Asche. Im Malz waren laut Analyse 3,59 % Wasser gefunden worden.

Hieraus ergeben sich für 100 g Malztrockensubstanz $\frac{0,998 \cdot 100}{96,41} = 1,035$ % in kaltem Wasser löslicher Asche.

Bestimmung der Phosphorsäure.

20 g grobgeschrotenes Malz werden in einer Platinschale mit 10 ccm einer 5 %igen Barytlösung übergossen und langsam verascht. Der Zusatz der Barytlauge soll eine Reduktion entstandener Kalciumphosphate durch eingeschlossene Kohlenstoffteilchen verhindern. Die Asche wird mit verdünnter Salpetersäure behandelt, nochmals eingedampft und 2 Stunden lang bei 150° C. getrocknet. Nach dem Abkühlen wird in verdünnter Salpetersäure gelöst und langsam, nicht ganz bis zur Trockne, eingedampft. Man nimmt nun mit warmem Wasser und verdünnter Salpetersäure auf und filtriert vom Ungelösten in ein Becherglas. Der auf dem Filter bleibende Rückstand besteht zumeist aus Kieselsäure und wird mit heißem Wasser ausgewaschen. Filtrat und Waschwasser werden mit Ammoniak bis zur schwach sauren Reaktion der Lösung abgestumpft, mit ca. 100 ccm molybdänsaurem Ammonium¹⁾ und so viel Ammoniumnitratlösung²⁾ versetzt, daß die Mischung etwa

¹⁾ Bereitung der Molybdänlösung: 150 g Ammoniummolybdat werden in Wasser gelöst, auf ein Liter aufgefüllt und in ein Liter Salpetersäure von 1,2 spezifischem Gewicht gegossen.

²⁾ Bereitung der Ammoniumnitratlösung: 750 g Ammoniumnitrat mit Wasser zu einem Liter gelöst.

15 % Ammoniumnitrat enthält, und $\frac{1}{2}$ Stunde lang auf dem Wasserbade bei 80—90° erhitzt. Die Phosphorsäure fällt als phosphormolybdänsaures Ammonium aus. Nach einstündigem Stehenlassen wird filtriert und der gelbe Niederschlag mit einer verdünnten Ammoniumnitratlösung — 150 g Ammoniumnitrat und 10 ccm Salpetersäure von 1,2 spezifischem Gewicht zu einem Liter gelöst — ausgewaschen, alsdann, nach Durchstechen des Filters, in ein Becherglas gespritzt und in $2\frac{1}{2}$ %igem Ammoniak gelöst. Das Filter ist sauber nachzuwaschen. Unter Umrühren läßt man zu der Lösung aus einer Bürette 10—15 ccm Magnesiummischung¹⁾ ganz langsam, etwa im Zeitraum einer Minute, hinzutropfen und läßt die Mischung 2 Stunden lang stehen. Der entstandene Niederschlag von Ammoniummagnesiumphosphat wird nach dem Abfiltrieren auf dem Filter so lange mit $2\frac{1}{2}$ %igem Ammoniak nachgewaschen, bis eine angesäuerte Probe des Filtrates mit Silbernitrat keine Trübung mehr gibt. Filter und Niederschlag werden nach dem Trocknen im Tiegel erhitzt, nach dem Veraschen des Filters 10 Minuten lang vor dem Gebläse geglüht und die Phosphorsäure als Magnesiumpyrophosphat gewogen.

Beispiel:

Tiegel + $Mg_2P_2O_7$ = 15,198 g

Tiegel leer = 15,042 „

$$\underline{Mg_2P_2O_7 = 0,156 \text{ g.}}$$

1 g Magnesiumpyrophosphat entspricht 0,6376 g P_2O_5 . Für 0,156 g berechnen sich demnach 0,09947 g P_2O_5 , die in 20 g Malz enthalten waren. Auf Malztrockensubstanz be-

¹⁾ Bereitung der Magnesiummischung: 55 g kristallisiertes Magnesiumchlorid und 70 g Chlorammonium werden in einem Liter $2\frac{1}{2}$ %igem Ammoniak gelöst.

rechnet, ergeben sich, wenn der Wassergehalt des Malzes mit 3,59 % gefunden war:

$$\frac{0,4974 \cdot 100}{100 - 3,59} = 0,5159 \% \text{ Phosphorsäure } (P_2O_5).$$

**Bestimmung des
Gesamtstickstoff-
bezw. Eiweißge-
haltes.**

3 g Malzfeinschrot werden in einem Nickeltiegel von bekanntem Gewicht auf der analytischen Wage abgewogen und quantitativ in ein Jenenser Stickstoffkölbchen von ca. 250 ccm Inhalt gebracht. Die letzten, an den Wandungen der Nickelschale anhaftenden Stäubchen lassen sich leicht mit Hilfe eines weichen Pinsels in das Kölbchen bringen. Hierzu gibt man ca. 20 ccm reine, rauchende Schwefelsäure, 3 Tropfen Quecksilber und erhitzt das schräg stehende Kölbchen auf einem Drahtnetz über dem Bunsenbrenner so lange, bis sämtliche Substanz weiß und die Flüssigkeit wasserhell geworden ist. Durch Zusatz von 5 g Kaliumsulfat kann man den Vorgang wesentlich beschleunigen. Beim Abkühlen scheiden sich weiße Nadelchen aus. Dieselben werden durch Zugießen von nicht zu viel destilliertem Wasser gelöst und die Lösung in einen ca. 1000 ccm fassenden Jenenser Kolben quantitativ übergespült. In den Kolben gibt man folgeweise etwas Schwefelleber, um die gebildeten Quecksilbersalze zu zerstören, ca. 300—350 ccm einer 33 %igen Natronlauge und etwas Zinkpulver, um Stoßen und Schäumen der Flüssigkeit beim Destillieren zu vermeiden. Zink und Natronlauge wirken außerdem reduzierend auf etwaig entstandene Stickoxydverbindungen. Das Zugeben der Natronlauge hat vorsichtig zu geschehen, damit nicht Ammoniak in die Luft entweicht. Man verfährt am besten so, daß man die Lauge an der inneren Wandung des schräg gehaltenen Kolbens hinunterfließen läßt. Dieselbe wird sich vermöge ihres höheren spezifischen Gewichtes unter die schwefelsaure Lösung schichten. Ammoniak, der sich an der Berührungs-

fläche der beiden Schichten bildet, wird von der darüber stehenden Schwefelsäure sofort wieder absorbiert und kann nicht entweichen. Erst nach dem Aufsetzen des Gummistopfens mit Kugelaufsatz wird der Kolben umgeschüttelt und am Kjeldahlapparat destilliert. In die Vorlage hat man vorher 50 ccm $\frac{1}{10}$ n. Schwefelsäure gegeben. Vom Kochen der Flüssigkeit an gerechnet genügt $\frac{1}{2}$ Stunde, um sämtliches Ammoniak überzutreiben und in den vorgelegten 50 ccm $\frac{1}{10}$ n. Schwefelsäure aufzufangen. Indikator: Kongorot; Säure blau, Alkali rot.

Beispiel und Berechnung:

Um 50 ccm $\frac{1}{10}$ n. Schwefelsäure zu neutralisieren, sind 50 ccm $\frac{1}{10}$ n. Natronlauge notwendig. Im Falle des Beispiels genügten schon 17 ccm $\frac{1}{10}$ n. Natronlauge, um die — teilweise durch übergetriebenes Ammoniak abgestumpfte — Schwefelsäure neutral zu machen. Demnach mußten $50 - 17 = 33$ ccm $\frac{1}{10}$ n. Schwefelsäure durch das übergegangene Ammoniak neutralisiert sein.

1 ccm $\frac{1}{10}$ n. Schwefelsäure entspricht 0,0014 g Stickstoff. 33 ccm $\frac{1}{10}$ n. Säure demnach $33 \cdot 0,0014$ g Stickstoff gleich 0,0462 g Stickstoff, die in 3 g Malz enthalten waren. Hieraus ergeben sich für 100 g Malz 1,54 g = ‰ Stickstoff. In der Regel berechnet man den Stickstoff- bzw. Eiweißgehalt auf Trockensubstanz. Laut Analyse hatte man 3,59 ‰ Wasser im Malz gefunden. Die gefundenen 1,54 g Stickstoff sind also in 100 g wasserhaltigem = $100 - 3,59 = 96,41$ g wasserfreiem Malz enthalten. In 100 g Malztrockensubstanz sind demnach:

$$\frac{1,54 \cdot 100}{96,41} = 1,59 \text{ ‰ Stickstoff.}$$

Den Eiweißgehalt in Malztrockensubstanz ermittelt man durch Multiplikation der erhaltenen Stickstoffprocente mit 6,25; in diesem Falle erhält man 9,937 ‰ Eiweiß.

Einen genaueren Einblick in die Zusammensetzung der stickstoffhaltigen Substanzen im Malz erhalten wir durch die Arbeiten von Laszczyński, der in der „Zeitschrift für das gesamte Brauwesen“ (1899 S. 71—140) folgende Angaben macht:

- „1. Die koagulierbaren Eiweißkörper werden erst unter Druck (eine Stunde bei $1\frac{1}{2}$ Atmosphäre) vollständig ausgeschieden.
2. Dieselben werden von Phosphorwolframsäure und Kupferoxydhydrat vollständig gefällt.
3. Die durch Zinksulfat aussalzbaren, stickstoffhaltigen Verbindungen — die Albumosen — werden von der Phosphorwolframsäure so gut wie quantitativ ausgefällt. Kupferoxydhydrat fällt dieselben nur teilweise.
4. Kupferoxydhydrat fällt außer den koagulierbaren Eiweißkörpern und einem Teil der Albumosen auch die Amide, da die mit diesem Reagens erhaltenen Zahlen die Summe der koagulierbaren Albumine und selbst aller Albumosen weit übersteigen.
5. Die Phosphorwolframsäure fällt außer den koagulierbaren Eiweißkörpern, Albumosen und den Xanthinbasen auch einen Teil der anderweitigen Amide.
6. Natriumsulfit und Kupfersulfat fallen in Malzauszügen, Würze und Bier die Xanthinbasen aus, doch müssen zuvor alle koagulierbaren Albumine und alle Albumosen entfernt sein, da sonst dieselben mitgerissen werden. Die Xanthinkörper werden von der Phosphorwolframsäure vollständig gefällt.“

Den Gang der Analyse für Malz beschreibt Laszczyński wie folgt:

„100 g feingemahlene Malz von bekanntem Stickstoff- und Wassergehalt wurden in einem abtarierten Stutzen

mit 500 g Wasser vermennt und 2 Stunden bei gewöhnlicher Temperatur am Rührwerk belassen. Hierauf wurde auf das ursprüngliche Gewicht ergänzt und durch ein entsprechend großes Faltenfilter filtriert. Vom klaren Filtrate nahm man zwei Proben von je 25 ccm zur Gesamtstickstoffbestimmung, woraus man den gesamtlöslichen Stickstoff berechnet. Es wurden weiter in 200 ccm Flaschen je 100 ccm Auszug abpipettiert und eine Stunde bei $1\frac{1}{2}$ Atm. im Dampftopf gehalten. Diese beiden Portionen wurden noch heiß über Filter von bekanntem Stickstoffgehalt gegossen und mit heißem Wasser ausgewaschen. Das Filtrat wurde direkt zweckmäßig in Abdampfschalen gesammelt. Im gut ausgewaschenen Koagulum wird der Stickstoff bestimmt. Das Filtrat wird auf dem Wasserbad bis auf etwa 200 ccm eingengt, mit 1—2 Tropfen Schwefelsäure angesäuert und nun unter fleißigem Umrühren mit so viel feingepulvertem Zinksulfat versetzt, bis etwas vom Salze auf dem Boden ungelöst bleibt. Man läßt nun einige Stunden stehen; es scheiden sich hierbei die Albumosen als braune, auf der Oberfläche schwimmende Flocken aus. Man gießt durch ein trockenes Filter und wäscht zweimal mit gesättigter Zinksulfatlösung aus, die man mit 1—2 Tropfen Schwefelsäure angesäuert hat. Das Filtrat erhitzt man zum Sieden und gibt nun 10 ccm gesättigte Natriumbisulfatlösung, 10 ccm 13%ige Kupfersulfatlösung und schließlich 5 ccm 10%ige Baryumchloridlösung hinzu. Der Xanthinniederschlag wird nach dem Absetzen und Erkalten abfiltriert, fünfmal auf dem Filter mit heißem Wasser ausgewaschen und der Stickstoff bestimmt, der als Xanthinkörperstickstoff in Rechnung gezogen wird. Die Differenz zwischen dem Gesamtstickstoff und dem koagulierbaren Stickstoff + Albumosenstickstoff + Xanthinstickstoff gibt den anderweitigen Amidstickstoff.“

Bei Bier und Würze wurde genau wie bei dem Malzauszuge verfahren.

Bestimmung der
Säure im Malz.

Nach Prior¹⁾ werden 50 g feines Malzschrot mit 250 ccm Chloroformwasser²⁾ 14 Stunden lang bei Zimmertemperatur digeriert. 50 ccm des klaren Filtrates werden mit $\frac{1}{10}$ n. Natronlauge und „rotem Phenolphthalein“³⁾ als Tüpfelindikator titriert. Man bedient sich hierfür am besten einer weißen Porzellanplatte mit Vertiefungen, in die man je einen Indikatortropfen gibt, zu denen man bei der Prüfung des Filtrates je einen gleich großen Tropfen des letzteren hinzufießen läßt. Anfangs werden die roten Phenolphthaleintropfen durch die Säure im Malz entfärbt. Man läßt die $\frac{1}{10}$ n. Natronlauge so lange vorsichtig zufließen, bis 2 Tropfen der Flüssigkeit einen Indikatortropfen noch deutlich rot erscheinen lassen.

Beispiel und Berechnung:

Um die Säure in 50 ccm Filtrat, entsprechend 10 g Malz, zu neutralisieren, waren 2,4 ccm $\frac{1}{10}$ n. Natronlauge erforderlich. Hieraus berechnen sich für 100 g Malz 24,0 ccm $\frac{1}{10}$ n. Lauge, die, da 1 ccm Lauge 0,009 g Milchsäure entspricht, gleichwertig mit $24 \cdot 0,009 = 0,216$ g Milchsäure sind. Auf Malztrockensubstanz berechnet, ergeben sich, falls das Malz 3,59 % Wasser enthält:

$$\text{Milchsäure in Trockensubstanz } \frac{0,216 \cdot 100}{100 - 3,59} = 0,224 \%$$

¹⁾ Bayr. Brauerjournal 1892 S. 362, 1894 S. 74.

²⁾ Chloroformwasser: Destilliertes kohlenstoffsaurefreies Wasser wird mit einem Überschuß an Chloroform geschüttelt und davon abgegossen.

³⁾ Rotes Phenolphthalein: Dasselbe wird jedesmal vor dem Gebrauche frisch dargestellt, indem man 20 ccm kohlenstoffsaurefreies Wasser mit 10 Tropfen Phenolphthalein (1 g Phenolphthalein, 400 ccm verdünnter Alkohol) und 0,2 ccm $\frac{1}{10}$ n. Natronlauge versetzt.

Die gefundene Menge Säure bezeichnet man fälschlicherweise mit „Milchsäure“. Denn es sind hauptsächlich primäre Phosphate, die dem Malz den sauren Charakter verleihen. Die Höhe des Säuregehaltes ist abhängig von der Behandlung des Grünmalzes auf der Tenne. Auf kalten Schweiß gearbeitetes Malz enthält weniger Säure (0,15 bis 0,25 %) als solches, das auf warmen Schweiß gearbeitet ist (0,25—0,5 %). Auf normale Malze entfallen durchschnittlich 0,22 % Säure.

Unter dem Fermentativvermögen oder der diastatischen Kraft eines Malzes versteht man die Fähigkeit der im Malz enthaltenen Diastase, Stärker in Zucker zu verwandeln.

Bestimmung des
Fermentativver-
mögens.

Lintner¹⁾ schlägt vor, das Fermentativvermögen eines Malzes gleich 100 zu setzen, wenn 0,1 ccm eines Extraktes (1:20) von 25 g Malz mit 500 ccm Wasser genügt, um in 10 ccm einer 2 %igen Stärkelösung nach 1 Stunde bei Zimmertemperatur eine Menge Zucker zu erzeugen, die gerade ausreichend ist, um 5 ccm Fehling-scher Lösung vollkommen zu reduzieren.

Ausführung:

Nach Kjeldahl-Lintner werden 25 g fein gemahlenes Malz mit 500 ccm destilliertem Wasser übergossen, 6 Stunden lang bei $17\frac{1}{2}^{\circ}$ C digeriert und so oft filtriert, bis das Filtrat vollständig klar läuft. Die Diastase ist vollständig in Lösung gegangen. In 10 numerierte Reagenzröhrchen gibt man je 10 ccm einer 2 %igen Stärkelösung²⁾ und außerdem, den Nummern der Gläschen ent-

¹⁾ Zeitschrift für das gesamte Brauwesen, 1885, S. 284.

²⁾ Bereitung der 2 %igen Lösung löslicher Stärke: Prima Kartoffelstärke wird mit $7\frac{1}{2}$ %iger Salzsäure übergossen, so daß dieselbe über der Stärke steht, und 7 Tage bei gewöhnlicher

sprechend, 0,1, 0,2, 0,3, 0,4, 0,5, 0,6, 0,7, 0,8, 0,9 und 1,0 ccm des klar filtrierten Malzauszuges. Nach gutem Umschütteln läßt man Reagenzröhrchen und Inhalt 1 Stunde lang bei Zimmertemperatur, etwa $17\frac{1}{2}^{\circ}$ C, stehen und die Diastase auf die Stärke wirken. Nach Ablauf dieser Zeit gibt man in jedes Röhrchen 5 ccm Fehlingscher Lösung und bringt sie alle in ein siedendes Wasserbad, in dem sie genau 10 Minuten verweilen. Nach dem Herausnehmen hat man festzustellen, in welchem Reagenzglaschen die erzeugte Menge Zucker vorhanden war, die gerade genügt hat, um die 5 ccm Fehlingscher Lösung vollständig zu Kupferoxydul zu reduzieren. Man verfährt hierbei so, daß man sich dasjenige von sämtlichen Röhrchen aussucht, in dem die über dem ausgefällten Kupferoxydul stehende Flüssigkeit farblos oder höchstens schwach blau gefärbt erscheint.

Die über dem ausgeschiedenen Kupferoxydul stehenden Flüssigkeiten zeigen eine Farbenskala von gelb nach farblos und von da nach blau.

Beispiel und Berechnung:

Reagenzglaschen No. 8 mit 0,8 ccm Malzauszug entsprach den eben geforderten Eigenschaften. Das Fermentativvermögen des angewandten Malzes wäre gleich 100 gewesen, wenn schon Röhrchen No. 1 mit 0,1 ccm Malzauszug sämtliche 5 ccm Fehlingscher Lösung mit Hilfe der in Zucker verwandelten Stärke reduziert hätte. In diesem Falle war 8mal soviel Malzauszug notwendig; das Fermentativvermögen des

Temperatur oder 3 Tage bei 40° C digeriert. Nach dem Abhebern der überstehenden Säure wäscht man die Stärke durch Dekantieren mit kaltem Wasser bis zum Verschwinden der sauren Reaktion und trocknet an der Luft auf einer Glasplatte. Von dieser trockenen, löslichen Stärke werden 2 g in 100 g Wasser aufgelöst.

Malzes war demnach nur den 8. Teil so groß, in Zahlen ausgedrückt: $\frac{100}{8} = 12,5$. Allgemein ist die Formel für das Fermentativvermögen oder die diastatische Kraft eines Malzes:

$$\frac{10}{\text{ccm Malzauszug}} .$$

Auf Trockensubstanz berechnet, ergibt sich für das Fermentativvermögen des angewandten Malzes, falls dasselbe 3,59 % Wasser enthält:

$$\frac{12,5 \cdot 100}{(100 - 3,59)} = 12,9.$$

Ausbeute in der Praxis.

Die Ausbeute in der Praxis (E) berechnet sich nach der Formel:

$$E = \frac{W \cdot P \cdot S}{M}, \text{ worin}$$

W die Anzahl der ausgeschlagenen, im Gärkeller oder Anstellbottich kalt gemessenen Liter Würze,

P die durch Abspindeln ermittelte Saccharometeranzeige der Würze,

S das der Saccharometeranzeige entsprechende spezifische Gewicht,

M die Malzschüttung in Kilogramm bedeutet.

Beispiel:

$$W = 140 \text{ hl,}$$

$$P = 12,6 \text{ ‰,}$$

$$S = 1,05132 \text{ (ermittelt aus der Ballingschen Tabelle),}$$

$$M = 50 \text{ Zentner} = 2500 \text{ kg,}$$

$$E = \frac{14000 \cdot 12,6 \cdot 1,05132}{2500} = 74,18 \text{ ‰.}$$

Um das Aufsuchen des zugehörigen spezifischen Gewichtes S und das Ausrechnen des Faktors ($P \cdot S$) zu

vermeiden, hat Windisch Ausbeutefaktoren berechnet, die in dem Verlage von P. Parey-Berlin unter dem Titel: „Windisch, Untersuchung des Malzes auf Extraktgehalt nebst Ausbeutetabellen“ erschienen sind und in keiner Brauerei fehlen sollten.

Hat man weder geeichte Gärbottiche, noch einen ausgemessenen Anstellbottich zur Verfügung, so bestimmt man das heiße Würzequantum in der Braupfanne mittelst Meßlatte. Ehe man obenstehende Ausbeuteformel benutzen darf, ist die Reduktion der heißen Würze auf 14° R. kalte, hopfen- und trübfreie Würze durchzuführen. Es sind hierfür von der gefundenen Würzmenge folgende Abzüge zu machen:

- I. für Kontraktion der Würze beim Abkühlen von Siedetemperatur auf 14° R. 5 % (nach Windisch nur 4,1 %);
- II. für Hopfen, Kühlgeläger und die damit zurückbleibende Flüssigkeit eine Zahl, die man, in Hektolitern ausgedrückt, erhält, wenn man die Zentner Malzschüttung mit 0,066 multipliziert.

Beispiel:

$W = 150$ hl (heiß gemessen in der Bierpfanne),

$P = 12,6$ %,

$S = 1,05132$ (ermittelt aus der Ballingschen Tabelle),

$M = 50$ Zentner = 2500 kg.

Es sind in Abzug zu bringen:

- I. für die Kontraktion der Würze 5 % = 7,5 hl;
- II. für Hopfen und Kühlgeläger 0,066 · 50 = 3,3 hl; es verbleiben also noch 150 — (7,5 + 3,3) = 139,2 hl Würze.

$$E = \frac{W \cdot P \cdot S}{M} = \frac{13920 \cdot 12,6 \cdot 1,05132}{2500} = 73,76 \%$$

IV. Untersuchung der Treber.

Kurz vor dem Austrebern entnimmt man von verschiedenen Stellen des Läuterbottichs Treberproben, preßt dieselben, jede für sich in einem Leinwandsäckchen, in einer Treberpresse aus, fängt das Glattwasser auf, filtriert es in einen Standzylinder, um es nach dem Abkühlen auf $17\frac{1}{2}^{\circ}\text{C}$. mit dem Saccharometer abzuspindeln. Die Ergebnisse fallen verschieden aus, je nach der Stelle, von der die Proben stammen. In der Regel liefern Proben der unteren Treberschicht höhere Extraktprocente als die der oberen. Der Durchschnitt des Extraktgehaltes der Treber soll 1 % nicht übersteigen.

Die Zusammensetzung der Treber ist im allgemeinen ungefähr folgende:

	frisch	getrocknet
Wasser	76,6 %	8,43 %
Rohprotein	4,9 „	18,93 „
Fett	1,6 „	5,70 „
Stickstofffreie Stoffe	15,7 „	63,50 „
Asche	1,2 „	3,40 „

V. Untersuchung des Bieres.

Das zu untersuchende Bier wird auf Zimmertemperatur gebracht und durch Umschütteln in einem großen Kolben von der Kohlensäure befreit. Um den entstandenen Schaum zu entfernen, gießt man das Bier durch ein trockenes Filter. Die Bestimmung des spezifischen Gewichtes geschieht am genauesten mittelst Pyknometers bei $17\frac{1}{2}^{\circ}\text{C}$.

Ermittlung des spezifischen Gewichtes.

Beispiel:

Pyknometer + Bier	68,729 g
Pyknometer leer	17,927 „
	Bier bei $17\frac{1}{2}^{\circ}$ C 50,802 g.
Pyknometer + Wasser	67,953 g
Pyknometer leer	17,927 „
	Wasser bei $17\frac{1}{2}^{\circ}$ C 50,026 g.

$$\text{Demnach spezifisches Gewicht des Bieres} = \frac{50,802}{50,026} = 1,0155.$$

Scheinbarer und wirklicher Extrakt.

Das eben gefundene spezifische Gewicht entspricht nach der Ballingschen Tabelle 3,875⁰/₁₀ Extrakt. Dieser Extraktgehalt ist indessen nur ein scheinbarer; in Wirklichkeit wird er bedeutend höher sein, da bei dieser Berechnung der im Biere enthaltene, spezifisch bedeutend leichtere Alkohol nicht berücksichtigt wurde. Man bezeichnet deswegen auch diesen Extraktgehalt als: „Scheinbaren Extraktgehalt“. Um den „Wirklichen Extraktgehalt“ zu ermitteln, dampft man 100 g entkohlensäurtes Bier auf dem Wasserbade bei 50⁰ langsam auf das halbe Volumen ein und füllt nach dem Erkalten auf das ursprüngliche Gewicht mit destilliertem Wasser auf. Der Alkohol hat sich beim Einengen verflüchtigt. Kochen des Bieres beim Eindampfen ist zu vermeiden, um ein Koagulieren der Eiweißkörper zu verhindern. Von den aufgefüllten 100 g bestimmt man mittelst Pyknometers das spezifische Gewicht der Flüssigkeit bei $17\frac{1}{2}^{\circ}$ C und ermittelt mit Hilfe der gefundenen Zahl den wirklichen Extraktgehalt des Bieres aus der Ballingschen Tabelle.

Beispiel:

Pyknometer + Bier	69,019 g
Pyknometer leer	17,927 „
	51,092 g.

IV.

Alkohol-Tabelle nach Windisch.

Berechnet für 15° C.

Spez. Gewicht	Gewichts-Prozent	Spez. Gewicht	Gewichts-Prozent	Spez. Gewicht	Gewichts-Prozent
0,9981	1,01	0,9950	2,73	0,9919	4,57
0	1,06	0,9949	2,79	8	4,63
0,9979	1,12	8	2,84	7	4,69
8	1,17	7	2,90	6	4,75
7	1,23	6	2,96	5	4,81
6	1,28	5	3,02	4	4,88
5	1,34	4	3,08	3	4,94
4	1,39	3	3,14	2	5,00
3	1,45	2	3,19	1	5,06
2	1,50	1	3,25	0	5,13
1	1,56	0	3,31	0,9909	5,19
0	1,61	0,9939	3,37	8	5,25
0,9969	1,67	8	3,43	7	5,32
8	1,72	7	3,49	6	5,38
7	1,78	6	3,55	5	5,44
6	1,83	5	3,60	4	5,51
5	1,89	4	3,66	3	5,57
4	1,94	3	3,72	2	5,63
3	2,00	2	3,78	1	5,70
2	2,05	1	3,84	0	5,76
1	2,11	0	3,90	0,9899	5,83
0	2,17	0,9929	3,96	8	5,89
0,9959	2,22	8	4,02	7	5,96
8	2,28	7	4,08	6	6,02
7	2,34	6	4,14	5	6,09
6	2,39	5	4,20	4	6,15
5	2,45	4	4,26	3	6,22
4	2,50	3	4,32	2	6,28
3	2,56	2	4,39	1	6,35
2	2,62	1	4,45	0,9890	6,41
1	2,68	0	4,51		

Pyknometer + Wasser	67,953 g
Pyknometer leer	17,927 „
	<hr/>
	50,026 g.

Spezifisches Gewicht: $\frac{51,092}{50,026} = 1,0213$, wofür sich nach der Ballingschen Tabelle (s. Tab. I) 5,325% Extrakt ergeben.

In einem Destillierkolben werden 100 g entkohlensäuerter Bier mit ca. 80 ccm destilliertem Wasser verdünnt und nach Zugabe von etwas Tannin — um das Schäumen zu verhindern — destilliert. Auf den Kolben bringt man zweckmäßig einen Linnemann'schen oder einen Kugelaufsatz. Die Vorlage besteht aus einem 100 ccm fassenden Kölbchen, dessen Gewicht man vor Beginn des Versuches bestimmt hat. Man destilliert, bis nahezu 100 ccm übergegangen sind. Das Destillat wird mit destilliertem Wasser auf 100 g aufgewogen. Von dem gut durcheinandergemischtem Inhalt wird mittelst Pyknometers das spezifische Gewicht (bei 15° C) ermittelt.

Beispiel:

Pyknometer + Destillat	67,6746 g
Pyknometer leer	17,9270 „
	<hr/>
Destillat bei 15° C	49,7476 g.
Pyknometer + Wasser	67,9709 g
Pyknometer leer	17,9270 „
	<hr/>
Wasser bei 15° C	50,0439 g.

Demnach spezifisches Gewicht des Destillates = $\frac{49,7476}{50,0439} = 0,99407$. Hieraus ergeben sich nach der Alkoholtabelle von Windisch (s. Tab. IV) 3,27% Alkohol.

Die Stammwürze berechnet sich nach der Formel:

$$St = \frac{100 (E + 2,0665 A)}{100 + 1,0665 A}, \text{ worin}$$

Kipke, Anleitung.

St Stammwürze,
 E wirklichen Extrakt des Bieres,
 A den Alkoholgehalt des Bieres bedeuten.

Für den Fall des Beispiels ergibt sich hiernach:

$$St = \frac{100 (5,325 + 2,0665 \cdot 3,27)}{100 + 1,0665 \cdot 3,27} = 11,67 \text{ ‰}.$$

Mit Hilfe der gefundenen Stammwürze ist man imstande, den scheinbaren und wirklichen Vergärungsgrad zu errechnen:

$$\text{Scheinbare Vergärung} = \frac{100(St - \text{scheinbarem Extrakt})}{St}.$$

$$\text{Für diesen Fall: } \frac{100 (11,67 - 3,875)}{11,67} = 66,8 \text{ ‰}.$$

$$\text{Wirkliche Vergärung} = \frac{100(St - E)}{St}.$$

$$\text{Für diesen Fall: } \frac{100 (11,67 - 5,325)}{11,67} = 54,37 \text{ ‰}.$$

Bestimmung der Fehlingsche Lösung reduzierenden Substanzen (Rohmaltose) im Bier.

50 ccm entkohlensäurtes Bier werden mit destilliertem Wasser auf 300 ccm verdünnt. Aus einer Pipette läßt man 25 ccm dieses verdünnten Bieres in 50 ccm kochende Fehlingsche Lösung fließen, die sich in einer Porzellanschale mit Deckel von 13 cm lichter Weite und ca. 350 ccm Fassungsvermögen befindet. Man erhitzt wieder zum Kochen, hält von diesem Augenblicke an das Gemisch genau 4 Minuten lang im Sieden und filtriert sofort durch ein Soxhletsches Asbestfiltrerröhrchen. Ein Teil des Kupfersulfates der Fehlingschen Lösung ist zu rotem Kupferoxydul reduziert worden. Beim Absaugen wäscht man dasselbe mit heißem Wasser nach und trocknet den Niederschlag durch Zugießen von wenig Alkohol und Äther. Das Gewicht des Asbestfiltrerröhrchen war vor Beginn des Versuches, nach vorherigem Ausglühen desselben und Abkühlenlassen im Exsikkator, genau zu bestimmen. Das

Filterröhrchen wird nun vorsichtig in horizontale Lage gebracht und schwach erhitzt, um eventuell vorhandene organische Substanz zu Kohlendioxyd zu verbrennen. Das Kupferoxydul geht hierbei in Kupferoxyd über. Die weite Öffnung des Filterröhrchens wird durch zwei hintereinander geschaltete Waschflaschen mit einem Wasserstoffapparat verbunden. Die erste Waschflasche enthält eine alkalische Kaliumpermanganatlösung, um einen arsenfreien Wasserstoffstrom zu erhalten, die zweite, mit dem Filterröhrchen verbundene, konzentrierte Schwefelsäure, um das Gas zu trocknen. Unter gelindem Erhitzen — es genügen schon 135° — wird das Kupferoxyd zu Kupfer reduziert. Man läßt im Wasserstoffstrom erkalten und bestimmt das so erhaltene metallische Kupfer durch Wägung. Die gefundenen Gramm Kupfer entsprechen nach der Tabelle von „Wein“ (s. Tab. II) einer bestimmten Menge Maltose, die in der Analyse als „Rohmaltose“ angegeben wird.

Beispiel:

Filterröhrchen + Kupfer	14,074 g
Filterröhrchen leer	14,000 „
	<hr/>
	Kupfer 0,074 g.

Diese 0,074 g Kupfer entsprechen nach der Tabelle von „Wein“ 0,0636 g Maltose und waren in 25 ccm verdünnten Bieres enthalten. 25 ccm verdünntes Bier waren der 12. Teil von 300 ccm verdünntem Bier oder auch der 12. Teil von 50 ccm unverdünntem Bier. 50 ccm unverdünntes Bier enthalten also $12 \cdot 0,0636 \text{ g} = 0,7632 \text{ g}$ Maltose. 100 ccm Bier 1,5264 g Maltose.

Um die Gewichtsprocente Maltose — also Gramm Maltose in 100 g Bier — zu erhalten, dividiert man die gefundenen Gramm Maltose durch das spezifische Gewicht des Bieres, das mit 1,0155 gefunden war.

Gewichtsprocente Maltose im Bier: $\frac{1,5264}{1,0155} = 1,503\%$.

Das Bier enthielt 1,503% „Rohmaltose“.

**Bestimmung des
Dextrins im Bier.**

50 ccm entkohlensäueretes Bier werden mit 20 ccm einer Salzsäure von 1,125 spezifischem Gewicht und 130 ccm Wasser gemischt und 3 Stunden lang auf dem Wasserbade am Rückflußkühler oder Steigrohr im Sieden erhalten. Nach dem Abkühlen neutralisiert man langsam mit Natronlauge und füllt mit Wasser auf 300 ccm auf. Maltose und Dextrin sind in Dextrose (Traubenzucker) übergeführt worden. Nach gutem Durchschütteln und Filtrieren entnimmt man vom Filtrate 25 ccm zu einer Dextrosebestimmung nach F. Allihn.

60 ccm Fehlingsche Lösung (Bereitung s. S. 17) und 60 ccm destilliertes Wasser werden in einer Porzellanschale zum Sieden erhitzt und 25 ccm des Filtrates aus einer Pipette hinzugegeben. Vom Augenblick des Wiederkochens an gerechnet erhält man das Gemisch genau 2 Minuten lang im Sieden, um alsdann das ausgeschiedene Kupferoxydul sofort durch ein Asbestfiltrerröhrchen zu filtrieren, mit heißem Wasser nachzuwaschen, mit wenig Alkohol und Äther zu trocknen, im Wasserstoffstrome wie bei der Maltosebestimmung zu reduzieren und das metallische Kupfer durch Wägung zu bestimmen. Zur Berechnung der Dextrose dient die Tabelle von F. Allihn.

Beispiel:

Asbestfiltrerröhrchen + Kupfer	16,510 g
Asbestfiltrerröhrchen leer	16,240 „
	Kupfer 0,270 g.

Diese 0,270 g Kupfer entsprechen nach der Allihnschen Tabelle (s. Tab. III) 0,140 g Dextrose und sind in 25 ccm verdünntem Biere enthalten. Demnach sind in 300 ccm verdünntem, gleich 50 ccm unverdünntem Biere $12 \cdot 0,140 \text{ g} = 1,680 \text{ g}$ Dextrose. In 100 ccm Bier demnach

2. 1,68 = 3,360 g Dextrose. Auf Gewichtsprocente berechnet, ergeben sich $\frac{3,360}{1,0155} = 3,308\%$ Gesamtdextrose.

Die vorausgegangene Maltosebestimmung ergab 1,503 g Rohmaltose, die bei der Behandlung mit Salzsäure zu Dextrose invertiert worden waren. Um also den Wert für die aus dem Dextrin erzeugte Dextrose zu erhalten, muß man die Rohmaltose, nachdem man sie auf Dextrose umgerechnet hat, von der gefundenen Gesamtdextrose abziehen. Da 19 Teile Maltose 20 Teilen Dextrose entsprechen, ergeben sich für die 1,503 g Rohmaltose 1,582 g Dextrose, die man von der Gesamtdextrose 3,308 g abzieht. Es bleiben demnach für in Dextrose verwandelten Dextrin nur: $3,308 - 1,582 = 1,726$ g, die, nach der Angabe von Wein, mit dem Faktor 0,9 multipliziert, 1,5534 g Dextrin ergeben. Nach Ost entsprechen 10 Teile Dextrose 9,25 Teilen Dextrin, so daß der Faktor 0,925 in Anwendung kommt. Da die Werte für Dextrin in diesem Falle größer (1,596 g) werden, gibt man in der Analyse zweckmäßig an, mit welchem Faktor man gerechnet hat.

50 ccm Bier werden in einem Jenenser Stickstoffkölbchen eingedampft, der Rückstand mit ca. 20 ccm rauchender Schwefelsäure übergossen und nach Zugabe von 2 Tropfen Quecksilber und etwas Kaliumsulfat so lange erhitzt, bis sämtliche Substanz weiß und die Flüssigkeit wasserhell geworden ist. Beim Abkühlen scheiden sich weiße Nadelchen aus. Diese werden durch Zugießen von nicht zu viel destilliertem Wasser gelöst und die Lösung quantitativ in einen ca. 1000 ccm fassenden Jenenser Kolben übergespült. In den Kolben gibt man etwas Schwefelleber, um die gebildeten Quecksilbersalze zu zerstören, etwas Zinkpulver, um das Stoßen und Schäumen zu vermeiden, und ca. 300—350 ccm einer 33%igen Natronlauge. Zink

Bestimmung des
Stickstoff- bzw.
Eiweißgehaltes im
Biere.

und Natronlauge wirken außerdem gelinde reduzierend auf etwaig entstandene Stickoxydverbindungen. Das Zugeben der Natronlauge hat vorsichtig zu geschehen, damit nicht Ammoniak in die Luft entweicht. Man verfährt am besten so, daß man die Lauge an der inneren Wandung des schräg gehaltenen Kolbens hinunterfließen läßt. Dieselbe wird sich vermöge ihres höheren spezifischen Gewichtes unter die schwefelsaure Lösung schichten. Ammoniak, der sich an der Berührungsfläche der beiden Schichten bildet, wird von der darüber stehenden Schwefelsäure sofort wieder absorbiert und kann nicht in die Luft entweichen; erst nach dem Aufsetzen des Gummistöpsels mit Kugelaufsatz wird der Kolben umgeschüttelt und am Kjeldahlapparat destilliert. In die Vorlage hat man 75 ccm $\frac{1}{10}$ n. Schwefelsäure gegeben und mit destilliertem Wasser verdünnt, um das Destillierrohr möglichst tief eintauchen zu können. Vom Kochen der Flüssigkeit an gerechnet genügt eine halbe Stunde, um sämtliches Ammoniak überzutreiben und in den vorgelegten 75 ccm $\frac{1}{10}$ n. Schwefelsäure aufzufangen. Indikator: Kongorot, Säure blau, Alkali rot.

Beispiel:

Um 75 ccm $\frac{1}{10}$ n. Schwefelsäure zu neutralisieren, sind 75 ccm $\frac{1}{10}$ n. Natronlauge notwendig. In diesem Falle genügten schon 43,0 ccm $\frac{1}{10}$ n. Natronlauge, um die teilweise durch Ammoniak abgestumpften 75 ccm $\frac{1}{10}$ n. Schwefelsäure neutral zu machen. Demnach mußten $75 - 43 = 32,0$ ccm $\frac{1}{10}$ n. Säure durch das übergetriebene Ammoniak neutralisiert sein. 1 ccm $\frac{1}{10}$ n. Säure entspricht 0,0014 g Stickstoff, 32 ccm $\frac{1}{10}$ n. Säure = $32 \cdot 0,0014$ g Stickstoff = 0,0448 g. Diese Gramm Stickstoff waren in 50 ccm Bier enthalten, auf 100 ccm kommen demnach 0,0896 g Stickstoff oder, mit dem Faktor 6,25 multipliziert, 0,5600 g = ‰ Eiweiß.

100 ccm werden zunächst durch Schütteln in einem Kolben und nachheriges halbstündiges Erhitzen bei 40° von der Kohlensäure vollständig befreit und filtriert. Bestimmung der Gesamtsäure.

Nach Prior werden 50 ccm des klaren Filtrates mit $\frac{1}{10}$ n. Natronlauge und „rotem Phenolphthalein“¹⁾ als Tüpfelindikator titriert. Man bedient sich hierfür am besten einer weißen Porzellanplatte mit Vertiefungen, in die man je einen Indikatortropfen gibt, zu denen man bei der Prüfung des Filtrates je einen gleich großen Tropfen des letzteren hinzufießen läßt. Anfangs werden die roten Phenolphthaleintropfen durch die Säure im Bier entfärbt. Man läßt die $\frac{1}{10}$ n. Natronlauge so lange vorsichtig zufließen, bis 6 Tropfen der Flüssigkeit einen roten Indikatortropfen nicht mehr entfärben.

Beispiel:

Um die Säure in 50 ccm Bier zu neutralisieren, waren 11,1 ccm $\frac{1}{10}$ n. Natronlauge erforderlich. Hieraus berechnen sich für 100 ccm Bier 22,2 $\frac{1}{10}$ n. Lauge, die, da 1 ccm Säure = 0,009 g Milchsäure entspricht, gleichwertig mit $22,2 \cdot 0,009 \text{ g} = 0,1998 \text{ g}$ Milchsäure sind. Auf Gewichtsprocente berechnet, ergeben sich für 100 g Bier $\frac{0,1998}{1,0155} = 0,1967 \text{ g} = \%$ Milchsäure bei einem spezifischen Gewicht des Bieres von 1,0155.

Der Säuregehalt des Bieres schwankt zwischen 0,1—0,3 % Milchsäure.

50 ccm des zu untersuchenden kohlenstofffreien Bieres werden in einem ca. 300 ccm fassenden Kolben mit Wasserdampf destilliert, bis ca. 100 ccm übergegangen sind. Dem Biere hat man vor dem Destillieren zweckmäßig etwas Tannin zugegeben, um allzu starkes Schäumen Bestimmung der Essigsäure.

¹⁾ Bereitung siehe S. 26.

zu vermeiden. Das Destillat wird mit $\frac{1}{10}$ n. Natronlauge titriert. 1 ccm $\frac{1}{10}$ n. Natronlauge entspricht 0,006 g Essigsäure. Als Indikator kann man Lackmustinktur oder Phenolphthalein verwenden.

Beispiel:

3,6 ccm $\frac{1}{10}$ n. Natronlauge, von der jeder Kubikzentimeter 0,006 g Essigsäure entspricht, waren erforderlich, um das Destillat von 50 ccm Bier zu neutralisieren. In 50 ccm Bier waren also 0,0216 g und in 100 ccm 0,0432 g Essigsäure enthalten. Für 100 g Bier berechnen sich, wenn das spezifische Gewicht des Bieres 1,0155 ist:

$$\frac{0,0432}{1,0155} = 0,0425 \% \text{ Essigsäure.}$$

Biere, deren Essigsäuregehalt 0,06 % übersteigt, sind als nicht mehr einwandfrei anzusehen.

**Bestimmung des
Aschengehaltes.**

50 ccm entkohlensäurtes Bier werden in einer gewogenen Platinschale langsam eingeäschert. Die Platinschale kann reichlich groß sein, da sich der Rückstand beim Verkohlen aufbläht.

Beispiel:

Platinschale + Asche	47,4114 g
Platinschale leer	47,3014 „
	<hr style="width: 100%; border: 0.5px solid black;"/>
	Asche 0,1100 g.

100 ccm Bier enthalten 0,22 g Asche; auf 100 g Bier berechnet, ergeben sich bei einem spezifischen Gewicht von 1,0155:

$$\frac{0,22}{1,0155} = 0,216 \% \text{ Asche.}$$

Der Aschengehalt soll allgemein 0,3 % nicht übersteigen. Ein höherer Aschengehalt kann auf Neutralisation sauer gewordener Biere mit Natriumbikarbonat hindeuten.

100 ccm entkohlensäueretes Bier werden unter Zusatz **Bestimmung der Phosphorsäure im Bier.** von 10 ccm 5%iger Barytlaug verdampft und verascht. Die Asche wird, um nur Orthophosphorsäure zu erhalten, 2 bis 3 mal mit je 10 ccm Salpetersäure behandelt. Alsdann nimmt man mit warmem Wasser und verdünnter Salpetersäure auf und filtriert vom Ungelösten in ein Becherglas. Filtrat und Waschwasser werden mit Ammoniak bis zur schwach sauren Reaktion der Lösung abgestumpft, mit ca. 100 ccm molybdänsaurem Ammonium und so viel Ammoniumnitratlösung (Bereitung derselben s. S. 20) versetzt, daß die Mischung etwa 15% Ammoniumnitrat enthält, und $\frac{1}{2}$ Stunde lang auf dem Wasserbade bei 80—90° erhitzt. Die Phosphorsäure fällt als phosphormolybdänsaures Ammonium aus. Nach einstündigem Stehenlassen wird filtriert und der gelbe Niederschlag mit einer verdünnten Ammoniumnitratlösung (150 g Ammoniumnitrat und 10 ccm Salpetersäure von 1,2 spezifischem Gewicht zu einem Liter Wasser gelöst) ausgewaschen, alsdann nach Durchstechen des Filters in ein Becherglas gespritzt und in 2 $\frac{1}{2}$ %igem Ammoniak gelöst. Das Filter ist sauber nachzuwaschen. Unter Umrühren läßt man zu der Lösung aus einer Bürette 10 bis 15 ccm Magnesiummischung ganz langsam, etwa im Zeitraum einer Minute, hinzutropfen und läßt die Mischung 2 Stunden lang stehen. Der entstandene Niederschlag von Ammoniummagnesiumphosphat wird nach dem Abfiltrieren auf dem Filter so lange mit 2 $\frac{1}{2}$ %igem Ammoniak nachgewaschen, bis eine angesäuerte Probe des Filtrates mit Silbernitrat keine Trübung mehr gibt. Filter und Niederschlag werden nach dem Trocknen im Tiegel erhitzt, nach dem Veraschen des Filters 10 Minuten lang vor dem Gebläse geglüht und die Phosphorsäure als Magnesiumpyrophosphat durch Wägung bestimmt.

Beispiel:

Tiegel mit Magnesiumpyrophosphat . . .	15,198 g
Tiegel leer	15,042 „
	<hr/>
Magnesiumpyrophosphat	0,156 g.

1 g Magnesiumpyrophosphat entspricht 0,6376 g Phosphorsäureanhydrid, die gefundenen, von 100 ccm Bier stammenden 0,156 g Magnesiumpyrophosphat entsprechen 0,09946 g Phosphorsäureanhydrid. 100 g Bier enthalten demnach, wenn das spezifische Gewicht des Bieres mit 1,0155 gefunden ist:

$$\frac{0,09946}{1,0155} = 0,09794\% \text{ Phosphorsäureanhydrid.}$$

**Bestimmung des
Glyzeringehaltes
im Bier.**

50 ccm entkohlensäurtes Bier werden durch halbstündiges Erwärmen bei 40° auf dem Wasserbade in einer geräumigen Porzellanschale von der Kohlensäure vollständig befreit und mit 3 g pulverisiertem Ätzkalk und 10 g Seesand zusammengerührt. Unter Umrühren dampft man bis zur Trockne ein, pulverisiert den Rückstand und bringt ihn quantitativ in die Papierhülse eines Soxhlet-Apparates. Während 5—6 Stunden extrahiert man mit ca. 40—50 ccm eines 96%igen Alkohols. Der alkoholische Auszug wird mit der gleichen Menge wasserfreien Äthers vermengt, gut durchgeschüttelt und eventuell filtriert. An einem mäßig warmen Orte läßt man Alkohol und Äther verdunsten und trocknet den schwerflüssigen Rückstand in einem gut ziehenden Trockenschrank bei 105°.

Beispiel:

Kölbchen + Rückstand	34,370 g
Kölbchen leer	34,264 „
	<hr/>
Rückstand	0,106 g,

die aus 50 ccm Bier erhalten wurden.

In 100 ccm sind 0,212 g Glycerin enthalten. Für 100 g Bier ergeben sich $\frac{0,212}{1,0155} = 0,2087\%$ Glycerin, falls das spezifische Gewicht mit 1,0155 gefunden war.

Übersteigt der Glyzeringehalt 0,3%, so ist anzunehmen, daß Glycerin dem Biere als solches zugesetzt worden ist, um dasselbe vollmundiger zu machen.

Nachweis unerlaubter Zusätze des Bieres.

200 ccm entkohlensäurtes Bier werden nach dem **Nachweis von Salizylsäure im Bier.** Ansäuern mit Schwefelsäure mit ca. 200 ccm Äther-Petroläther, zu gleichen Teilen, im Scheidetrichter ausgeschüttelt. Nach dem Filtrieren durch ein trockenes Filter wird der Äther in 2 weißen Porzellanschalen verdunstet, der Rückstand mit sehr wenig Wasser aufgenommen und in der einen Schale mit einem Tropfen verdünnter Eisenchloridlösung geprüft. Violette Färbung deutet auf Salizylsäure. Da nach Brand Maltol, das er in einigen Farbmalzen fand, mit Eisenchloridlösung ebenfalls eine Violettfärbung gibt, prüft man in der 2. Schale mit einem Tropfen Millons Reagens.¹⁾ Die geringsten Spuren Salizylsäure zeigen sich durch Rotfärbung an. Tritt keine Ausfärbung ein, so ist Salizylsäure nicht vorhanden, wohl aber Maltol, das mit Eisenchloridlösung in Reaktion trat.

200 ccm Bier werden mit Soda alkalisch gemacht **Nachweis von Borsäure im Bier.** und eingeäschert. Die Asche wird mit warmem Wasser ausgelaugt und der wässrige Auszug in einer Platinschale bis auf einen kleinen Rest eingedampft, den man mit ver-

¹⁾ Bereitung von Millons Reagens: 1 Teil Quecksilber wird in 2 Teilen einer Salpetersäure von 1,42 spezifischem Gewicht zunächst kalt, dann unter Erwärmen gelöst. Zu der Lösung gibt man das doppelte Volumen dest. Wasser hinzu und läßt die Flüssigkeit klar absetzen.

dünnter Salzsäure übersättigt. In die Lösung legt man einen Streifen frischen Kurkumapapieres und dampft zur Trockne ein. Bei Anwesenheit von Borsäure färbt sich das Kurkumapapier blutrot.

Brand¹⁾ fand Borsäure im Hopfen und konnte dieselbe auch als Spuren im Biere nachweisen.

**Nachweis von
Saccharin im Bier.**

200 ccm von der Kohlensäure befreites Bier werden nach dem Ansäuern mit Schwefelsäure mit dem gleichen Volumen einer Mischung von Äther und Petroläther, zu gleichen Teilen, ausgeschüttelt. Nach dem Abfließenlassen der wässrigen Bierschicht filtriert man den ätherischen Auszug durch ein trockenes Faltenfilter in eine flache Porzellanschale und läßt den Äther verdunsten. Den Rückstand nimmt man mit wenig Wasser auf und filtriert nochmals, wobei die in Wasser unlöslichen, bitter schmeckenden Hopfenharze auf dem Filter als gelblicher Rückstand bleiben. Von einem Tropfen des wasserklaren Filtrates macht man eine Geschmacksprobe. Selbst noch Spuren von 0,001 % Saccharin lassen sich mit Sicherheit an dem typischen, süßen Geschmack erkennen. Um einen augenscheinlichen Nachweis für das gefundene Saccharin zu haben, führt man dasselbe nach dem Eindampfen des klaren Filtrates in einem Tiegel durch Zusammenschmelzen mit etwas Soda und Ätznatron in Salizylsäure über. Die Schmelze wird mit wenig angesäuertem Wasser aufgenommen und mit einem Tropfen verdünnter Eisenchloridlösung zusammengebracht. Auftretende Violett färbung deutet auf in Salizylsäure umgewandeltes Saccharin.

Voraussetzung bei diesem zweiten Nachweis ist, daß das Bier frei von Salizylsäure und auch daraufhin vorher geprüft worden war.

¹⁾ Zeitschrift für das gesamte Brauwesen, 1892, S. 426.

500 ccm entkohlensäueretes Bier werden, nachdem sie durch Zusatz einer 10%igen Ammoniumkarbonatlösung schwach alkalisch gemacht worden sind, in einem Becherglase erhitzt und mit ca. 10—15 ccm einer 10%igen Kalziumchloridlösung versetzt. Der aus Kalziumkarbonat und Fluorkalzium (bei Anwesenheit von Fluor!) bestehende Niederschlag wird auf ein Filter gebracht, mit warmem Wasser nachgewaschen, etwas getrocknet und im Platintiegel geglüht. Nach dem Abkühlen befeuchtet man den Rückstand mit einigen Tropfen Wasser und gibt 1 ccm konzentrierte Schwefelsäure hinzu. Den Tiegel bedeckt man mit einem an der Unterseite mit Wachs überzogenen Uhrglase, in dessen Überzug man Zeichen mit einem spitzen Gegenstand eingeritzt hat, um das Glas teilweise bloßzulegen. Alsdann erhitzt man auf dem Wasserbade auf 100°. Bei Gegenwart von Fluor werden die sich entwickelnden Fluorwasserstoffdämpfe die ausgesparten Stellen des Uhrglases ätzen. In das Uhrglas gibt man kaltes Wasser oder Eisstückchen, um ein Schmelzen des Wachsüberzuges zu verhüten.

**Nachweis von
Fluorsalzen (Konservierungssalzen).**

Biertrübungen.

Ursachen der Biertrübungen können sein: Eiweiß, [Glutin], Hopfenharz, Stärke, Kleister, Hefe, Bakterien.

Eiweiß und Hopfenharz verschwinden auf Zusatz weniger Tropfen 10%iger Kalilauge.

Hopfenharz allein verschwindet beim Schütteln einer kleinen Probe Bier mit dem 5—6fachen Volumen Äther.

Eiweiß-Glutinrübes Bier wird klar bei längerem Verweilen im warmen Zimmer.

Kleisterrübes Bier wird durch wässrige Jodlösung blau bis blau-violett gefärbt.

Hefen und Bakterien lassen sich nur unter dem Mikroskop erkennen.

Übersicht.¹⁾

Auf Zusatz von Natronlauge:

<u>verschwinden:</u>	<u>verschwinden nicht:</u>
Eiweiß (Glutin), Hopfenharze.	Kleister, Hefe, Bakterien.

Beim Erwärmen:

<u>verschwindet:</u>	<u>verschwinden nicht:</u>
<u>Glutin.</u>	gewöhnliche Eiweißtrübung, Hopfenharze, Kleister, Hefe, Bakterien.

Beim Schütteln mit Äther:

<u>verschwindet:</u>	<u>verschwinden nicht:</u>
<u>Hopfenharz.</u>	Eiweiß (Glutin), <u>Kleister,</u> <u>Hefe, Bakterien.</u>
	färbt sich nur unter dem mit Jod- Mikroskop zu lös. blau- erkennen. blau-vio- lett.

Ballings saccharimetrische Bierprobe.

Balling hat auf Grund der Beziehungen zwischen Alkoholgehalt, scheinbarem, wirklichem Extrakt und Stammwürze eine Tabelle berechnet, die es ermöglicht, Stammwürze, Alkoholgehalt, scheinbare und wirkliche Vergärung eines Bieres schnell rechnerisch festzustellen. Man hat nur nötig, den scheinbaren Extrakt im Biere zu bestimmen, indem man mit einem genauen Saccharometer nach Balling das entkohlensäuerte Bier abspindelt, und auf die gleiche Weise den wirklichen Extrakt festzustellen, nachdem man

¹⁾ Dr. Doemens, Brau-Industrie-Kalender 1906, Leipzig.

V.

Tabelle

der Alkoholfaktoren und Attenuationsquotienten für Würzen von 6–30 ‰ Extraktgehalt nach Balling.

Extraktgehalt der Stammwürze	Alkoholfaktoren für die			Attenua- tions- quotient
	scheinbare Attenuation ($p - m$)	wirkliche Attenuation ($p - n$)	Attenuations- differenz ($n - m$)	
$p = \frac{n-m}{q-1} + n$	a	b	c	$q = \frac{p-m}{p-n}$
6	0,4073	0,4993	2,2096	1,226
7	0,4091	0,5020	2,2116	1,227
8	0,4110	0,5047	2,2137	1,228
9	0,4129	0,5074	2,2160	1,229
10	0,4148	0,5102	2,2184	1,230
11	0,4167	0,5130	2,2209	1,231
12	0,4187	0,5158	2,2234	1,232
13	0,4206	0,5187	2,2262	1,233
14	0,4226	0,5215	2,2290	1,234
15	0,4246	0,5245	2,2319	1,235
16	0,4267	0,5274	2,2350	1,236
17	0,4288	0,5304	2,2381	1,237
18	0,4309	0,5334	2,2414	1,238
19	0,4330	0,5365	2,2448	1,239
20	0,4351	0,5369	2,2483	1,240
21	0,4373	0,5427	2,2519	1,241
22	0,4395	0,5458	2,2557	1,242
23	0,4417	0,5490	2,2595	1,243
24	0,4439	0,5523	2,2636	1,244
25	0,4462	0,5555	2,2677	1,245
26	0,4485	0,5589	2,2719	1,246
27	0,4508	0,5622	2,2763	1,247
28	0,4532	0,5656	2,2808	1,248
29	0,4556	0,5690	2,2854	1,249
30	0,4580	0,5725	2,2902	1,250

eine gewisse Menge entkohlensäueretes Bier auf das halbe Volumen bei 50° C, um den Alkohol zu entfernen, eingengt und auf das ursprüngliche Volumen mit destilliertem Wasser wieder aufgefüllt hat. Zur Berechnung dienen folgende Formeln:

1. Stammwürze $p = \frac{(n - m)}{q - 1} + n$.

2. Alkoholgehalt $A = (n - m) \cdot c$.

3. Scheinbarer Vergärungsgrad $v_s = \frac{(p - m)}{p} \cdot 100$.

4. Wirklicher Vergärungsgrad $v_w = \frac{(p - n)}{p} \cdot 100$.

In diesen Formeln bedeutet:

n den wirklichen Extrakt, also die Saccharometeranzeige des von Kohlensäure und Alkohol befreiten Bieres,

m den scheinbaren Extrakt, also die Saccharometeranzeige des nur entkohlensäuereten Bieres,

q den Quotienten von scheinbar vergorenem und wirklich vergorenem Extrakt, auch Attenuationsquotient genannt (von *attenuare* = verdünnen, da der bei der Gärung erzeugte Alkohol das Bier spezifisch leichter macht, also „verdünnt“),

c den in der Tabelle für die jeweilige Stammwürze zu findenden Alkoholfaktor.

Die Berechnung der Stammwürze erfolgt zuerst. Hierbei wird man beim Einsetzen der Werte finden, daß man den Quotienten q nicht kennt und ihn auch in der Tabelle (s. Tab. V) nicht nachschlagen kann, da die zugehörige Stammwürze nicht bekannt ist, man sie vielmehr erst berechnen will. Nach Balling hilft man sich hierbei so, daß man die Stammwürze vorläufig als 12%ig annimmt, wofür sich aus der Tabelle für q 1,232 ergibt, welchen Wert man in die Stammwürzenformel einsetzt. Der sich bei der Be-

rechnung ergebende Wert für die Stammwürze ist demnach nicht ganz genau. Um ein verlässliches Resultat zu erhalten, verfährt man nun in der Weise, daß man den für die eben errechnete Stammwürze zugehörigen Quotientenwert q in die Formel nochmals einsetzt und die Rechnung mit dem nun richtigen Wert q zum zweiten Male ausführt. Das Resultat gibt die ursprüngliche Stammwürze des vorliegenden Bieres an.

Die Daten für die übrigen Formeln sind bekannt.

Beispiel:

Es sei gefunden:

m (der scheinbare Extrakt) mit 4,00 % Balling.

n (der wirkliche Extrakt) mit 5,32 „

Die Stammwürze $p = \frac{(n - m)}{q - 1} + n$.

q ist vorläufig noch nicht bekannt; wir nehmen die Stammwürze als 12 %ig an und finden für q aus der Tabelle den Wert 1,232, den wir nebst den übrigen Daten in die Formel einsetzen:

$$\begin{aligned} \text{Die Stammwürze } p &= \frac{5,32 - 4,00}{1,232 - 1} + 5,32 = \\ &= 5,69 + 5,32 = 11,01 \text{ \% Balling.} \end{aligned}$$

Mit 11,01 % wäre also die Stammwürze ungefähr bestimmt. Man wendet die eben gebrauchte Formel noch einmal an, nur mit dem Unterschiede, daß für q der zu 11,01 % gehörige, aus der Tabelle zu entnehmende Wert eingesetzt wird:

$$\text{Die Stammwürze } p = \frac{5,32 - 4,00}{1,231 - 1} + 5,32 = 11,03 \text{ \% Ball.}$$

Der Alkoholgehalt

$$A = (n - m) \cdot c = (5,32 - 4,00) \cdot 2,2209 = 2,932 \text{ \%}.$$

Der scheinbare Vergärungsgrad

$$v_s = \frac{p - m}{p} \cdot 100 = \frac{11,03 - 4,00}{11,03} \cdot 100 = 63,7 \%$$

Der wirkliche Vergärungsgrad

$$v_w = \frac{p - n}{p} \cdot 100 = \frac{11,03 - 5,32}{11,03} \cdot 100 = 51,7 \%$$

VI. Hopfen-Untersuchung.

Eine gute Bonitierung des Hopfens ist bis jetzt noch nicht gefunden. Man muß sich begnügen, denselben auf Schwefelung, Wasser- und Aschengehalt hin zu untersuchen.

Schweflige Säure ist in nicht zu großen Mengen der Würze bezw. dem Biere unschädlich. Manche Brauereien schwefeln sogar ihre Gärbottiche jedesmal vor dem Gebrauche im Gärkeller selbst aus, um die Würze vor Infektion zu schützen. Jedoch läuft man beim Einkauf von hochgeschwefeltem Hopfen Gefahr, minderwertigen erstanden zu haben, da alter, gelber und selbst fuchsiger Hopfen nach einer gründlichen Schwefelung seine ursprüngliche grüne Farbe wiedererhält.

Bestimmung der
schwefligen Säure.

Ausführung:

In einem Kolben werden 25 g Hopfen mit 250 ccm Wasser übergossen, mehrere Male gut durchgerührt und 1 Stunde lang bei Zimmertemperatur stehen gelassen. Als dann filtriert man in einen Erlenmeyerkolben und gibt in diesen einige Körnchen Zink, wenig Schwefelsäure und, um eine gleichmäßige Wasserstoffentwicklung zu erzielen, einige Tropfen einer 10 %igen Platinchloridlösung. Durch den sich entwickelnden Wasserstoff wird die im Filtrat

befindliche, aus dem Hopfen ausgelaugte schweflige Säure zu Schwefelwasserstoff reduziert. Um denselben nachzuweisen, hat man zu Beginn der Gasentwicklung einen mit Bleiazetatlösung getränkten, noch feuchten Filtrierpapierstreifen in Kegelform in den Kolbenhals gesteckt, so daß kein Schwefelwasserstoff entweichen kann. Man beobachtet jetzt, nach Verlauf welcher Zeit der Bleiazetatstreifen gebräunt wird.

Tritt die Bräunung nach 5 Minuten ein, so ist der Hopfen stark geschwefelt, nach 10—15 Minuten, so ist er mittelstark, nach 20 Minuten, so ist er schwach, und erst nach dieser Zeit, so ist er gar nicht geschwefelt.

Wasserbestimmung. Mit Hilfe des „Wasserbestimmungsapparates von J. F. Hoffmann und H. Schulze“ in Berlin (zu beziehen durch die Glasbläserei des Institutes für Gärungsgewerbe, Berlin N.) ist es möglich, eine Wasserbestimmung im Hopfen zu machen, die den Vorzug der Genauigkeit und Schnelligkeit hat. Eine gewogene Menge Hopfen im Vakuumexsikkator über Schwefelsäure einige Wochen zu trocknen und aus dem Gewichtsverlust den Wassergehalt zu bestimmen, ist der langen Dauer und Ungenauigkeit wegen nicht zu empfehlen. — Der Wassergehalt im Hopfen schwankt zwischen 10 und 13 %.

Aschebestimmung. Durch Staub und Flugsand verunreinigter Hopfen kann an seinem hohen Aschengehalt erkannt werden. Ein höherer Aschengehalt als 9 % läßt darauf schließen, daß mineralische Bestandteile vorhanden sind. Zur Bestimmung des Aschengehaltes nimmt man eine gewogene Menge, ca. 3—5 g, über Schwefelsäure im Vakuum getrockneten Hopfen und verbrennt ihn in einem gewogenen Porzellan- oder Platin-Tiegel. Nach dem vollständigen Veraschen des Inhaltes wird gewogen und durch Subtraktion des Gewichtes des leeren Tiegels der Aschengehalt in der ange-

wandten Menge Hopfen gefunden und auf Prozente umgerechnet.

Beispiel:

Porzellanschale + Hopfenasche	54,880 g
Porzellanschale leer	54,518 „
	<hr/>
Hopfenasche	0,362 g.

Angewandt waren 4,22 g Hopfen. Hieraus ergeben sich 8,57 % Asche.

Der Aschengehalt schwankt zwischen 7 und 9 %. Ein höherer Gehalt deutet auf Verunreinigungen anorganischer Natur.

VII. Untersuchung der Hefe.

Die Prüfung der Hefe auf Reinheit geschieht auf mikroskopischem Wege und soll hier nicht näher erörtert werden. Oft kommt die Bestimmung der Gärkraft einer Hefe in Betracht, wenn es sich um die Frage der Verwendung einer hoch- oder niedervergärenden Rasse handelt.

In einen Literkolben bringt man 50 g der zu untersuchenden Hefe und 400 ccm einer 10 %igen reinen Rohrzuckerlösung. Den Kolben verschließt man mit einem Gummistopfen, in dessen Bohrung sich ein Schwefelsäure-trockenröhrchen befindet, um die sich beim nachherigen Erwärmen bildenden Wasserdämpfe nicht an die Luft entweichen zu lassen. Diesen so hergerichteten Kolben wägt man mit Inhalt auf der Trierwage auf 2 Dezimalstellen und stellt ihn alsdann in ein Wasserbad von 30° C.

Bestimmung der
Gärkraft.

Nach 24 stündigem Erwärmen kühlt man den Kolben in kaltem Wasser schnell ab, öffnet den Kolben und entfernt

durch Einblasen frischer Luft die noch im Kolben befindliche schwere Kohlensäure. Der Kolben wird hiernach in derselben Verfassung wie anfangs auf der Tarierrwaage gewogen. Der Gewichtsverlust gibt die Menge der bei der Gärung erzeugten Kohlensäure an.

Gute Preßhefen, von denen man zur Bestimmung nur 5 g verwendet, geben nach Heyduck 8—12 g Kohlensäure oder, was damit gleichbedeutend ist, zersetzen 16,3—24,5 g Zucker; 0,4904 g Kohlensäure entsprechen 1 g zersetztem Rohrzucker. Als Nebenprodukte entstehen bei der Gärung Bernsteinsäure, Glycerin und Fuselöl.

VIII. Untersuchung des Pechs.

Geschmacks- und Geruchs-Prüfung.

Ein gutes Brauerpech soll beim Kauen geschmacklos sein. Es soll keinen Geschmack abgeben, wenn man in einem Bechergläschen etwas Pech schmilzt, so daß der Boden bedeckt ist, die Schmelze mit 4^o/₁₀igem Alkohol übergießt und denselben nach 24 Stunden bei 8^o R. kostet. Auch darf die alkoholische Lösung nicht sauer reagieren, noch dürfen die sich beim Schmelzen entwickelten Dämpfe brenzlich riechen.

Schmelzpunkt.

Der Schmelzpunkt eines guten Peches liegt zwischen 30 und 50^o C. Höher schmelzende Pecher sind zum Pichen zu spröde und ungeeignet. Der Schmelzpunktapparat besteht aus einem, auf einem Drahtnetz stehenden, mit Wasser gefüllten Becherglase von ca. 400 ccm Inhalt, in das ein Thermometer eintaucht. An den unteren Teil des Thermometers bringt man das mit Pech gefüllte Schmelzpunkt-

röhren, das sich leicht durch einen Tropfen Wasser vermöge der Adhäsion befestigen läßt. Um das Schmelzpunktröhrchen sauber mit Pech füllen zu können, kühlt man letzteres zuvor grobgestoßen in einer Porzellanschale, die von einer Kältemischung umgeben ist, stark ab und zerreibt es mit einem Pistill zu einem möglichst feinen Pulver. Je feiner die Substanz zerkleinert wurde, um so genauer und schärfer wird die Schmelzpunktbestimmung.

Wasserhaltiges Pech läßt sich leicht am Spritzen und Schäumen beim Erhitzen in einem Bechergläschen erkennen. Solche Peche sind für Brauereizwecke durchaus ungeeignet. Der Wassergehalt soll 1,4% nicht übersteigen. Man ermittelt ihn, indem man ca. 3—4 g Pech in oben beschriebener Art und Weise zu einem feinen Pulver zerreibt und eine gewogene Menge auf einem Uhrgläschen in einem Vakuumexsikkator über Schwefelsäure so lange trocknen läßt, bis Gewichtskonstanz eingetreten ist. — Das Wasser im Trockenschrank bei 100° zu verjagen, ist nicht zu empfehlen, da bei dieser Temperatur ebenfalls leicht flüchtige Kohlenwasserstoffe mit hinweggehen und den Wassergehalt scheinbar erhöhen.

Wassergehalt.

30 g Pech werden mit 150 ccm 96%igem Alkohol übergossen und durch Umrühren allmählich zur Lösung gebracht. Der Rückstand wird auf ein getrocknetes und gewogenes Filter gebracht, mit heißem Alkohol gut nachgewaschen, bei 100° im Trockenschrank getrocknet und nach dem Abkühlen gewogen. Bei einem guten Brauerpech darf der Rückstand 0,5% nicht überschreiten. Ein höherer Prozentgehalt läßt auf absichtliche Beimengungen mineralischer Stoffe (wie Bleichromat, Ocker, Schwerspat) schließen, die fahlen Pechen zur Verleihung einer besseren Farbe gern beigemengt werden.

Bestimmung des Rückstandes.

Prüfung des Rückstandes auf Bleichromat. Der Rückstand wird in einem Reagenzröhrchen mit 10%iger Natronlauge in der Hitze behandelt. Etwa vorhandenes Bleichromat geht hierbei als $Pb(O Na)_2$ in Lösung und wird im Filtrat durch Zusatz von Essigsäure als gelber Niederschlag wieder ausgefällt.

Prüfung auf Ocker. Der in heißer Natronlauge unlösliche Rückstand wird in heißer Salzsäure aufgenommen und eventuell von ungelösten Teilchen, die aus Schwerspat oder Ton bestehen können, abfiltriert.

Das Filtrat versetzt man nach dem Erkalten mit wenig Ferrozyankalium; eintretende Blaufärbung durch entstandenes Berliner Blau zeigt Eisen (Ocker) an.

Prüfung auf Schwerspat. Der weder in Alkali noch in Salzsäure lösliche Rückstand wird in einem Porzellantiegel mit der 4fachen Menge von kohlensaurem Natronkali zusammengeschmolzen, die Schmelze mit warmem Wasser ausgelaugt und nach dem Ansäuern mit reiner Salzsäure durch Zusatz weniger Tropfen einer heißen 10%igen Chlorbaryumlösung auf Schwefelsäure geprüft.

Pichversuch im kleinen. Empfehlenswert ist es auch, einen Pichversuch im kleinen vorzunehmen. Man kann sich auf diese Weise schnell über die Eigenschaften des Peches klar werden, wenn man die einzelnen Vorgänge beim Schmelzen, Erstarren usw. genau beachtet. Ca. 15 g des zu untersuchenden Peches werden auf ungefähr 300° C erhitzt. Die sich hierbei entwickelnden Dämpfe dürfen nicht brenzlich oder streng riechen, noch die Augen zu Tränen reizen, vielmehr sollen sie einen reinen, aromatischen Harzgeruch haben. Wasserhaltiges Pech verrät sich beim Schmelzen durch Spritzen und Schäumen. Das geschmolzene Pech gießt man in ein aus Fichten- oder Eichenholz gedrehtes,

ca. 200 ccm haltendes Fäßchen, das man durch Hin- und Herrollen auspicht. Das Fäßchen war vor dem Pichen im Trockenschrank sorgfältig bei 100° zu trocknen. Nach dem Erkalten der Pechschicht überzeugt man sich, ob dieselbe spröde, dehnbar oder festhaftend ist, und ob sie Blasen, die von verkohlten Verunreinigungen herkommen, aufweist. Blasenbildendes Pech ist bedenklich, da Blasen im Lagerfaß gewöhnlich gefährliche Infektionsherde werden.

IX. Untersuchung des Wassers.

Man verdampft 250 ccm des zu untersuchenden Wassers vorsichtig in einer gewogenen Platinschale zunächst über freier Flamme, alsdann die letzten Reste auf dem Wasserbade und trocknet den Rückstand bei 110° bis zur Gewichtskonstanz.

Bestimmung des
Abdampf-
rückstandes.

Beispiel:

Platinschale + Rückstand	47,3650 g
Platinschale leer	47,3014 „
	Rückstand 0,0636 g.

Auf den Hektoliter berechnet ergeben sich 25,44 g Abdampfrückstand.

Platinschale und Rückstand werden zur schwachen Rotglut erhitzt. Die organische Substanz verbrennt zu Kohlendioxyd, und die Karbonate gehen zum Teil unter Abgabe von Kohlensäure in die Oxyde über. Zu diesen gibt man etwas Ammoniumkarbonat hinzu, dampft ein und erhitzt vorsichtig, bis alles überschüssige Ammoniumkarbonat verjagt ist. Durch Wägung bestimmt man den Glühverlust und das Gewicht des Rückstandes als Karbonate.

Bestimmung des
Glührückstandes.

Beispiel:

Platinschale + Rückstand	47,3580 g
Platinschale leer	47,3014 „
	Rückstand als Karbonate 0,0566 g.

Der Glühverlust beträgt, auf den Hektoliter berechnet, 2,8 g. Den Rückstand verwahrt man zwecks Untersuchung auf SiO_2 , Fe_2O_3 , CaO , MgO , Al_2O_3 .

Bestimmung der Schwefelsäure.

200 ccm Wasser werden im Becherglase etwas eingeengt und mit wenig Salzsäure angesäuert. Die im Wasser enthaltene Schwefelsäure wird mit einer heißen, 10%igen Chlorbaryumlösung heiß gefällt. Den Niederschlag läßt man entweder absetzen oder bringt ihn heiß, nachdem er sich zusammengeballt hat, auf ein quantitatives Filter und wäscht ihn mit heißem Wasser nach, bis die ablaufende Flüssigkeit durch Silbernitratlösung nicht mehr getrübt wird. Filter mit Inhalt werden in einem gewogenen Platintiegel geglüht. Nach dem Erkalten gibt man zu dem Rückstand einige Tropfen verdünnte Schwefelsäure, da die Kohle des verbrannten Filters geringe Menge Baryumsulfat zu Baryumsulfid reduziert hat, und glüht nochmals. Nach dem Abkühlen im Exsikkator wird gewogen. Bei Benutzung eines Porzellantieglers hat man das Filter mit dem Niederschlag erst vor dem Veraschen bei 110^0 zu trocknen.

Beispiel:

Platintiegel + Baryumsulfat	18,4388 g
Platintiegel leer	18,4114 „
	Baryumsulfat 0,0274 g.

233 g Baryumsulfat entsprechen 80 g Schwefelsäure (SO_3); hieraus berechnen sich für 0,0274 g Baryumsulfat 0,009408 g SO_3 . Im Hektoliter Wasser sind demnach 4,704 g Schwefelsäure (SO_3) enthalten.

Falls eine Bestimmung der Alkalichloride verlangt wird, werden Filtrat und Waschwasser der Schwefelsäurebestimmung mit etwas Ammoniak und Ammoniumkarbonat versetzt und vom Niederschlag abfiltriert. Filtrat und Waschwasser werden unter Zusatz von wenig Ammoniumkarbonat eingedampft und der Rückstand vorsichtig geglüht. Nach dem Abkühlen wird er mit wenig Wasser ausgelaugt, die Lösung filtriert und das Filtrat im gewogenen Platintiegel verdampft. Der so erhaltene Rückstand wird geschmolzen, geglüht und als Alkalichlorid durch Wägung bestimmt.

Beispiel:

Platintiegel + Alkalichloride	18,4232 g
Platintiegel leer	<u>18,4114 „</u>
	0,0118 g

Alkalichloride in 200 ccm Wasser. Für den Hektoliter Wasser berechnet ergeben sich 5,90 g Alkalichloride.

100 ccm Wasser bringt man in eine weiße Porzellanschale, gibt einige Tropfen einer konzentrierten Kaliumchromatlösung als Indikator hinzu und titriert mit $\frac{1}{10}$ n. Silbernitratlösung. Beim Umschlag in Rot — Ausscheidung von Silberchromat — unterbricht man und vermerkt die Anzahl der verbrauchten ccm Silberlösung. Bei stark chlorhaltigem Wasser wendet man nur 50 oder 25 ccm Wasser an.

Beispiel:

Verbraucht wurden 1,00 ccm $\frac{1}{10}$ n. Silberlösung, entsprechend 0,00355 g Chlor. Auf einen Hektoliter ergeben sich hieraus 3,55 g Chlor.

100 ccm Wasser, die im Kochen erhalten werden und durch Lackmustinktur gebläut sind, werden so lange vorsichtig mit $\frac{1}{10}$ n. Schwefelsäure versetzt, bis ein

Bestimmung der Alkalichloride.

Bestimmung des Chlors.

Bestimmung der gebundenen Kohlensäure.

dauernder Umschlag in Rot eingetreten ist, der selbst nach 5 Minuten langem Kochen nicht verschwindet. Als Kochgefäß verwendet man zweckmäßig ein Kölbchen aus Hartglas, da weiches Glas beim Kochen mit Wasser Alkali abgibt.

Beispiel:

Um den Umschlag herbeizuführen, waren 2 ccm $\frac{1}{10}$ n. Schwefelsäure erforderlich. 1 ccm $\frac{1}{10}$ n. Säure entspricht 2,2 g Kohlendioxyd im Hektoliter. Es ergeben sich also $2 \cdot 2,2 = 4,4$ g Kohlendioxyd im Hektoliter des untersuchten Wassers.

Bestimmung der organischen Substanz.

100 ccm des zu untersuchenden Wassers werden mit 5 ccm verdünnter Schwefelsäure (1 Teil konzentrierte Schwefelsäure und 3 Teile Wasser) vermischt und in einem Kölbchen zum Sieden gebracht. Aus einer Bürette läßt man 10 ccm $\frac{1}{100}$ n. Kaliumpermanganatlösung hinzufießen und kocht 5 Minuten lang. Sollte während dieser Zeit noch Entfärbung eintreten, so setzt man weitere 5 ccm Permanganatlösung hinzu. Aus einer Pipette läßt man alsdann 10 ccm $\frac{1}{100}$ n. Oxalsäure in die rote Flüssigkeit laufen, die alsbald entfärbt wird, und erhitzt bis zum Kochen. Nun titriert man, nachdem man das Erhitzen unterbrochen hat, so lange mit $\frac{1}{100}$ n. Permanganatlösung weiter, bis eine Rosafärbung eintritt, und vermerkt die Gesamtsumme der verbrauchten ccm $\frac{1}{100}$ n. Kaliumpermanganatlösung. Da sich die Permanganatlösung leicht verändert, ist es notwendig, jedesmal vor dem Gebrauche ihren Titer zu bestimmen. Zu diesem Zwecke gibt man in den eben gebrauchten Kolben 10 ccm $\frac{1}{100}$ n. Oxalsäure und titriert mit $\frac{1}{100}$ n. Permanganatlösung bis zur Rosafärbung.

Beispiel und Berechnung:

Im ganzen wurden an $\frac{1}{100}$ n. Kaliumpermanganatlösung verbraucht 12,9 ccm. Diese 12,9 ccm haben also

ausgereicht, um 10 ccm $\frac{1}{100}$ n. Oxalsäure und die organische Substanz zu oxydieren. Bei der Bestimmung des Titers ergab sich, daß 10 ccm $\frac{1}{100}$ n. Oxalsäure durch 10,5 ccm $\frac{1}{100}$ n. Kaliumpermanganatlösung zerstört wurden. Es wurden also für die organische Substanz im Wasser 12,9 — 10,5 ccm = 2,4 ccm Permanganatlösung verbraucht. Um in der Analyse angeben zu können, wieviel Gramm Permanganat notwendig sind, um die organische Substanz in einem Hektoliter Wasser zu oxydieren, bedient man sich folgender Formel, in der 3,16 eine Konstante ist:

$$\text{Kaliumpermanganat: } \frac{3,16 \cdot \text{Differenz}}{\text{Titer}} \text{ g.}$$

Für diesen Fall waren also $\frac{3,16 \cdot 2,4}{10,5} = 0,722$ g Kaliumpermanganat erforderlich, um die organische Substanz in einem Hektoliter Wasser zu oxydieren.

a) **Qualitativ.** 100 ccm Wasser werden mit 1,5 ccm einer Soda-Natronlösung (14,3 g kristallisierte Soda und 4 g Ätznatron in 100 ccm Wasser gelöst und filtriert) versetzt und nach einiger Zeit von den ausgefallenen Carbonaten in einen hohen, schmalen Glaszylinder abfiltriert. Zu dem klaren Filtrate gibt man 2—3 ccm Neßlers Reagens.¹⁾ Eintretende Gelb-Rotbraunfärbung, die man am besten erkennen kann, wenn man von oben durch die Flüssigkeitssäule hindurch auf ein Stück weißes Papier sieht, deutet mit Sicherheit auf Ammoniak.

Bestimmung des Ammoniaks.

b) **Quantitativ.** 300 ccm Wasser werden mit 4,5 ccm der oben beschriebenen Soda-Natronlösung versetzt, kräftig

¹⁾ **Bereitung von Neßlers Reagens:** 7 g Jodkalium werden in 20 ccm Wasser und 3,2 g Sublimat in 60 ccm Wasser gelöst. Letztere Lösung wird unter Umschütteln zu der ersten gegossen, bis ein bleibender Niederschlag entsteht. Alsdann setzt man 120 ccm Kalilauge hinzu und filtriert.

durchgeschüttelt und von dem Niederschlage klar filtriert. Von dem Filtrate bringt man 100 ccm in einen schmalen, hohen Glaszylinder und setzt 1 ccm Neßlers Reagens hinzu. Alsdann füllt man acht ebensolche schmale, hohe Glaszylinder mit je 100 ccm destillierten Wassers und gibt folgeweise 0,2, 0,4 bis 1,6 ccm Salmiaklösung¹⁾ hinzu. Man vergleicht nun die Farbentöne dieser Zylinder, nachdem man zu jedem noch einen Kubikzentimeter Neßlers Reagens hinzugefügt hat, mit dem des ersten, indem man wieder zweckmäßig von oben durch die Flüssigkeitssäulen auf ein Stück weißes Papier sieht.

Beispiel:

Die Farbe des Zylinders mit 0,2 ccm Salmiaklösung war gleich der, die das zu untersuchende Wasser nach Zusatz von Neßlers Reagens angenommen hatte. 1 ccm Salmiaklösung entspricht 0,00005 g Ammoniak, 0,2 ccm demnach 0,00001 g Ammoniak, die in 100 ccm Wasser enthalten sind. Auf den Hektoliter berechnet ergeben sich 0,01 g Ammoniak.

War die Ausfärbung des zu untersuchenden Wassers mit Neßlers Reagens zu dunkel, so wiederholt man den Versuch, nachdem man das Filtrat mit destilliertem Wasser auf einen bestimmten Grad verdünnt hat.

Bestimmung der salpetrigen Säure.

a) Qualitativ. 0,2 g *m*-Phenylendiaminchlorhydrat werden in wenig destilliertem Wasser gelöst und mit 2 Tropfen konzentrierter Salzsäure angesäuert. Diese Lösung fügt man zu etwa 100 ccm des zu untersuchenden Wassers, das sich in einem hohen, schmalen Glaszylinder

¹⁾ Bereitung der Salmiaklösung: 3,147 g Salmiak werden in einem Liter Wasser gelöst. Nach dem Auffüllen von 50 ccm dieser Lösung auf einen Liter entspricht 1 ccm 0,00005 g Ammoniak.

befindet. Die geringsten Spuren von salpetriger Säure lassen die Flüssigkeit gelb erscheinen, was man wiederum am besten beobachten kann, wenn man die Flüssigkeitsschicht von oben betrachtet.

b) Quantitativ. 100 ccm Wasser werden in einem schmalen, hohen Glaszylinder mit 3 ccm Jodzinkstärkelösung¹⁾ und einem Kubikzentimeter einer 1 : 3 verdünnten Schwefelsäure versetzt. Tritt die Blaufärbung sofort nach dem Zugießen ein, so wiederholt man den Versuch mit einer geringeren Menge Wasser, die man mit destilliertem Wasser auf 100 ccm auffüllt. Alsdann füllt man vier ebensolche schmale, hohe Zylinder mit je 100 ccm destillierten Wassers, gibt der Reihe nach je 1—4 ccm Natriumnitritlösung²⁾ und je 3 ccm Jodzinkstärkelösung mit je einem Kubikzentimeter Schwefelsäure, auf 1 : 3 verdünnt, hinzu und ermittelt, wie oben, kolorimetrisch den Gehalt an salpetriger Säure.

Beispiel:

Die Farbe des Zylinders mit 2 ccm Nitritlösung wurde als gleich der Farbe des zu untersuchenden Wassers befunden. 1 ccm Nitritlösung entspricht 0,00001 g salpetriger Säure (N_2O_3); 2 ccm demnach 0,00002 g salpetriger Säure, die in 100 ccm Wasser enthalten sind und auf den Hektoliter berechnet 0,02 g salpetrige Säure (N_2O_3) ergeben.

¹⁾ Bereitung der Jodzinkstärkelösung: 5 g Stärke, 20 g Zinkchlorid werden in 100 g Wasser gelöst, mit 2 g Zinkjodid versetzt, auf 1 l aufgefüllt und filtriert.

²⁾ Bereitung der Nitritlösung: 0,406 g Silbernitrit werden in heißem Wasser gelöst, mit einer konzentrierten Kochsalzlösung gefällt und auf 1 l verdünnt. 100 ccm der klaren Lösung werden auf 1000 ccm aufgefüllt.

Bestimmung der Salpetersäure.

a) Qualitativ. Nach den Angaben von Brand¹⁾ werden 0,01—0,02 g Diphenylamin in einigen Tropfen konzentrierter Schwefelsäure gelöst und mit 50 ccm einer 5—10 %igen Salzsäure verdünnt. Hiervon werden 3 bis 4 Tropfen zu einem Kubikzentimeter des zu untersuchenden Wassers gegeben und nach dem Hinzufügen von 2 ccm konzentrierter Schwefelsäure ordentlich durchgeschüttelt. Eintretende Blaufärbung weist auf das Vorhandensein von Salpetersäure. Bei Verwendung größerer Mengen Diphenylamin tritt eine Blaufärbung oft gar nicht ein.

b) Quantitativ. Die Bestimmung der Salpetersäure beruht auf der Reduktion der Nitrate durch Ferrum hydrog. reductum in saurer Lösung und Bestimmung des entstandenen Ammoniaks.

500 ccm Wasser werden in einer Porzellanschale bis auf ca. 15 ccm eingedampft, quantitativ mit möglichst wenig heißem, destilliertem Wasser in einen Destillierkolben gebracht, mit 10 ccm einer Schwefelsäure von 1,35 spezifischem Gewicht und mit 5 g im Wasserstoff reduzierten Eisen versetzt. Bei bedecktem Kolben wird die Flüssigkeit innerhalb 5 Minuten zum Sieden gebracht und 3—5 Minuten lang im Sieden erhalten. Alsdann verdünnt man mit 75 ccm kaltem Wasser, gibt 20 g einer Natronlauge von 1,25 spezifischem Gewicht hinzu und destilliert das Ammoniak in 20 ccm vorgelegte $\frac{1}{20}$ n. Schwefelsäure über. Das Destillat wird mit $\frac{1}{20}$ n. Natronlauge oder Barytlauge, wie bei der Bestimmung des Stickstoffgehaltes der Gerste, zurücktitriert und das gefundene Ammoniak auf Salpetersäure (N_2O_5) umgerechnet.

¹⁾ Zeitschrift für das gesamte Brauwesen 1900, S. 101.

Beispiel:

Um 20 ccm $\frac{1}{20}$ n. Säure zu neutralisieren, sind 20 ccm $\frac{1}{20}$ n. Natronlauge erforderlich. In diesem Falle des Beispiels genügten schon 18 ccm $\frac{1}{20}$ n. Natronlauge. Die fehlenden 2 ccm $\frac{1}{20}$ n. Säure waren demnach schon durch destilliertes Ammoniak abgestumpft worden. 1 ccm $\frac{1}{20}$ n. Säure entspricht 0,00085 g Ammoniak, 2 ccm demnach 0,0017 g Ammoniak. Da 17 g Ammoniak 108 g Salpetersäure (N_2O_5) gleichwertig sind, berechnen sich für 0,0017 g Ammoniak 0,0108 g Salpetersäure, die in 500 ccm des untersuchten Wassers enthalten waren. Das Wasser hatte demnach im Hektoliter einen Gehalt von 2,16 g Salpetersäure (N_2O_5).

Der in der Platinschale befindliche Glührückstand (s. S. 56) wird mit etwas Wasser und Salzsäure übergossen, erwärmt, auf dem Wasserbade zur Trockne eingedampft und schwach geglüht, der Rückstand wiederum mit verdünnter Salzsäure aufgenommen und nach dem Erwärmen von der ungelöst gebliebenen Kieselsäure abfiltriert. Filter und Kieselsäure werden mit heißem Wasser nachgewaschen, bis das Filtrat nicht mehr sauer reagiert. Das Filter wird im Platintiegel verbrannt und der Inhalt vor dem Gebläse geglüht.

Bestimmung der
Kieselsäure.

Beispiel:

Tiegel + Kieselsäure	18,4133 g
Tiegel leer	18,4118 „
	Kieselsäure 0,0015 g,

die in 250 ccm Wasser enthalten sind. Demnach im Hektoliter Wasser 0,6 g Kieselsäure.

Filtrat und Waschwasser der Kieselsäurebestimmung werden nach Zusatz von einem Tropfen konzentrierter Salpetersäure erhitzt, schwach ammoniakalisch gemacht

Bestimmung des
Eisens.

und bis zur neutralen Reaktion der Lösung eingeeengt. Eisen und auch Aluminium, falls solches zugegen sein sollte, fallen als ihre Hydroxyde aus. Dieselben werden auf ein quantitatives Filter gebracht, mit heißem Wasser nachgewaschen und im Platintiegel zu Ferrioxyd geglüht, dem eventuell etwas Aluminiumoxyd beigemischt ist.

Beispiel:

Platintiegel + Ferrioxyd	18,415 g
Platintiegel leer	18,414 „
	0,001 g,

die in 250 ccm Wasser enthalten sind. Auf den Hektoliter Wasser berechnet ergeben sich 0,4 g Ferrioxyd.

Bestimmung des Kalziums.

Das annähernd neutrale Filtrat der Eisen-Aluminiumbestimmung, welches noch Kalziumchlorid und Ammonmagnesiumchlorid enthält, wird ammoniakalisch gemacht und das Kalzium mit oxalsaurem Ammonium als Kalziumoxalat gefällt. Kratzen mit dem Glasstabe ist hierbei zu empfehlen. Nach 12stündigem Stehen wird der Niederschlag auf ein quantitatives Filter gebracht, mit heißem Wasser ausgewaschen, bis das abfließende Filtrat mit Silbernitrat und Salpetersäure keine Trübung mehr erzeugt, und vor dem Gebläse 10 Minuten lang geglüht, um das Kalziumoxalat in Kalziumoxyd überzuführen.

Beispiel:

Platintiegel + Kalziumoxyd	18,4307 g
Platintiegel leer	18,4154 „
	0,0153 g,

die in 250 ccm Wasser enthalten waren und auf den Hektoliter berechnet 6,12 g ergeben.

Bestimmung des Magnesiums.

Filtrat und Waschwasser werden im Becherglase etwas eingeeengt, nach dem Erkalten mit etwas Natriumphosphat und so viel Ammoniak versetzt, bis die Lösung

etwa $2\frac{1}{2}\%$ ist, und 6—8 Stunden sich selbst überlassen. Das ausgefällte Ammonmagnesiumphosphat wird auf ein quantitatives Filter gebracht, mit 3% igem Ammoniak so lange nachgewaschen, bis die ablaufende Flüssigkeit nach dem Ansäuern mit Salpetersäure nicht mehr durch Silbernitrat getrübt wird, und im Platintiegel vor dem Gebläse zu Magnesiumpyrophosphat geglüht und als solches gewogen.

Beispiel:

Platintiegel + Magnesiumpyrophosphat	18,453 g
Platintiegel leer	18,443 „

Magnesiumpyrophosphat 0,010 g,

die in 250 ccm Wasser enthalten sind und auf den Hektoliter berechnet 4,00 g Magnesiumpyrophosphat ergeben. Da 222,78 g Magnesiumpyrophosphat 80,72 g Magnesiumoxyd entsprechen, sind die gefundenen 4 g Magnesiumpyrophosphat 1,449 g Magnesiumoxyd gleichwertig.

Die Härte des Wassers läßt sich mit Hilfe folgender Formel ermitteln, wenn man Kalk und Magnesia quantitativ, als Gramm im Hektoliter, bestimmt hat:

Deutsche Härtegrade = Gramm CaO + (Gramm MgO . 1,4).

In vorangegangener Analyse waren 6,12 g Kalk und 1,449 g Magnesia in einem Hektoliter Wasser gefunden worden. Hieraus ergibt sich der Härtegrad (deutsch): $6,12 + (1,449 \cdot 1,4) = 8,1486$; rund 8° (deutsch).

Unter Gesamthärte eines Wassers versteht man die Härte, welche das Wasser vor dem Kochen hat. Beim Kochen zerfallen die das Wasser hart machenden Bikarbonate in Kohlensäure und Karbonate, die als solche nicht mehr löslich sind und ausfallen. Das Wasser wird weicher. Die Härte nach dem Kochen bezeichnet man mit bleibender Härte. Die Differenz von Gesamthärte und bleibender Härte nennt man vorübergehende Härte.

Deutsche Härtegrade bezeichnen die Milligramme Kalziumoxyd in 100 g Wasser, französische bezeichnen die Milligramme Kalziumkarbonat in 100 g Wasser.

Um unabhängig von einer, immerhin längere Zeit in Anspruch nehmenden quantitativen Analyse schnell die Härte eines Wassers bestimmen zu können, benutzt man eine alkoholische Seifenlösung¹⁾, die so eingestellt ist, daß 45 ccm derselben 12 deutschen Graden, gleich 12 mg Kalziumoxyd entsprechen.

Die Ausführung der Bestimmung ist folgende:

100 ccm des zu untersuchenden, 12° R warmen Wassers werden in einen Stöpselzylinder von ca. 250 ccm Inhalt gebracht und allmählich mit titrierter Seifenlösung versetzt. Nach jedem Zusatz schüttelt man die Stöpselflasche 20 mal gleichmäßig von oben nach unten. Man fährt mit der Zugabe der Seifenlösung so lange fort, bis sich nach dem Schütteln ein dichter Schaum gebildet hat, der selbst nach 5 Minuten langem Stehen nicht vergeht. Die

¹⁾ Bereitung der Seifenlösung: 150 g Bleipflaster, welches durch Kochen von 9 Gewichtsteilen Olivenöl und 5 Gewichtsteilen Bleiglätte mit Wasser und Auskneten hergestellt ist, werden im Wasserbade erweicht und mit 40 g Kaliumkarbonat innig gemengt; die gleichförmige Mischung wird mit 90%igem Weingeist versetzt, erwärmt, die Lösung filtriert und der Weingeist vom Filtrat abgedunstet. 10 g der so erhaltenen, auf dem Wasserbade getrockneten Seife werden in 500 ccm 56%igem Weingeist gelöst; die Lösung wird nachher mit so viel des letzteren verdünnt, daß von ihr genau 45 ccm nötig sind, um in 100 ccm Baryumchloridlösung, äquivalent einem Gehalt von 0,012 g CaO , gleich 12 deutschen Härtegraden, nach dem Durchschütteln eine konstante Schaumbildung hervorzurufen. Zur Darstellung der Chlorbaryumlösung werden 0,523 g trocknes, kristallisiertes Baryumchlorid in Wasser zu 1 l gelöst.

VI.
Tabelle
der deutschen Härtegrade nach Faiszt und Knaus.

Seifen- lösung ccm	Härte- grad	Seifen- lösung ccm	Härte- grad	Seifen- lösung ccm	Härte- grad
1,5	—	16,5	3,85	31,0	7,83
2,0	0,15	17,0	3,98	31,5	7,98
2,5	0,27	17,5	4,12	32,0	8,12
3,0	0,40	18,0	4,25	32,5	8,27
3,5	0,52	18,5	4,39	33,0	8,41
4,0	0,65	19,0	4,52	33,5	8,56
4,5	0,78	19,5	4,65	34,0	8,70
5,0	0,90	20,0	4,78	34,5	8,85
5,5	1,02	20,5	4,93	35,0	8,99
6,0	1,15	21,0	5,06	35,5	9,14
6,5	1,27	21,5	5,19	36,0	9,28
7,0	1,40	22,0	5,33	36,5	9,43
7,5	1,52	22,5	5,47	37,0	9,57
8,0	1,65	23,0	5,60	37,5	9,72
8,5	1,78	23,5	5,74	38,0	9,87
9,0	1,90	24,0	5,87	38,5	10,02
9,5	2,03	24,5	6,01	39,0	10,17
10,0	2,16	25,0	6,15	39,5	10,32
10,5	2,29	25,5	6,29	40,0	10,47
11,0	2,42	26,0	6,43	40,5	10,62
11,5	2,55	26,5	6,57	41,0	10,77
12,0	2,68	27,0	6,71	41,5	10,92
12,5	2,81	27,5	6,85	42,0	11,07
13,0	2,94	28,0	6,99	42,5	11,23
13,5	3,07	28,5	7,13	43,0	11,38
14,0	3,20	29,0	7,27	43,5	11,54
14,5	3,33	29,5	7,41	44,0	11,69
15,0	3,46	30,0	7,55	44,5	11,84
15,5	3,59	30,5	7,69	45,0	12,00
16,0	3,72				

Anzahl der verbrauchten Kubikzentimeter vermerkt man und entnimmt aus nachstehender Tabelle nach Faiszt und Knaus den entsprechenden Härtegrad.

Diese Art der Härtebestimmung beruht auf der Überführung der im Wasser befindlichen Kalzium- und Magnesiumsalze durch die Seifenlösung in fettsaure Salze. Sind sämtliche Kalzium- und Magnesiumsalze in solche umgewandelt, so bleibt die nachfolgende Seifenlösung unzerstört und zeigt dies dadurch an, daß sie nach dem Schütteln einen dichten, beständigen Schaum liefert.

Grenzwerte brauchbarer Brauwässer.

In einem Hektoliter befinden sich:

Abdampfrückstand	20—50 g.
Organische Substanz	Spuren—0,77 g Kaliumpermanganat.
Kalziumoxyd	8—16 g.
Magnesiumoxyd	2—4 g.
SO_3	0,5—8 g.
N_2O_5	Spuren—1 g.
Chlor	1—4 g.
Kalium, Eisen, Aluminium	meist nur in geringen Mengen.
Härte	10—20 °.

Neben der chemischen Analyse ist die bakteriologische Untersuchung des Wassers von größter Wichtigkeit, deren Erörterung jedoch hier nicht Platz finden soll.

X. Bestimmung der flüchtigen Bestandteile und des Heizwertes von Kohlen nach M. Goutal¹⁾

Der Heizwert einer Kohle läßt sich nach M. Goutal¹⁾ aus den Resultaten der gewöhnlichen Kohleuntersuchungen, Wasser-, Aschebestimmung und Verkokungsprobe ermitteln.

$$\text{Der Heizwert} = 82 C + aV.$$

In dieser Formel bedeutet:

C Koks-kohlenstoff (fixer Kohlenstoff),

V flüchtige Bestandteile,

a ein veränderlicher Faktor, abhängig von den flüchtigen Bestandteilen V , nachdem man diese auf wasser- und aschefreien Brennstoff umgerechnet hat (V').

Für alle Heizstoffe, die in der reinen, wasser- und aschefreien Substanz unter 40% flüchtige Bestandteile V' enthalten, sind die Werte von a in nachfolgender Tabelle angegeben.

Der Wassergehalt.

Der Wassergehalt wird mit 2 g der gepulverten Kohle bestimmt, die eine Stunde lang im Trockenschrank auf 115° C erhitzt wird.

Die flüchtigen Bestandteile.

Die flüchtigen Bestandteile werden bestimmt durch rasches Erhitzen von 5 g Kohle in einem bedeckten, 30 ccm fassenden Tiegel. Die Flamme soll den Tiegel vollkommen umspülen. Nach dem Verschwinden der leuchtenden, flüchtigen Bestandteile erhitzt man noch weitere 3 Minuten.

Die Asche.

Die Asche wird im Muffelofen mit 3 g bestimmt, die langsam durch allmähliches Erhitzen verbrannt werden. Falls ein Muffelofen nicht zur Verfügung steht, verascht man 5—6 g der gemahlene Kohle im Platinschiffchen über dem Bunsenbrenner.

¹⁾ Etudes sur les combustibles solides, liquides et gazeux. Mesure de leur pouvoir calorifique par P. Mahler. Paris 1903. Annexe I.

Beispiel:

Untersucht wurde der Anthrazit von Creuzot:

Fixer Kohlenstoff	86,70 % = C.
Asche	1,45 %.
Wasser	1,80 %.
Flüchtige Bestandteile	10,05 % = V.

Diese flüchtigen Bestandteile V werden als V' auf wasser- und aschefreien Kohlenstoff berechnet:

$$V' = \frac{V \cdot 100}{C + V} = \frac{10,05 \cdot 100}{86,70 + 10,05} = 10,4 \%.$$

Diese 10,4 % entsprechen in der Tabelle einem Werte α von rund 129. Setzt man in die Formel für den Heizwert die entsprechenden Werte ein, so erhält man für die untersuchte Kohle einen Heizwert von:

$$82 \cdot 86,7 + 129 \cdot 10,05 = 8406 \text{ Wärmeeinheiten.}$$

Dieselbe Kohle im Kalorimeter bestimmt, ergab 8404 Wärmeeinheiten.

Tabelle für den Faktor α .

V' %	α Wärmeeinheiten	V' %	α Wärmeeinheiten	V' %	α Wärmeeinheiten
1—5	200	17	113	29	99
5	145	18	112	30	98
6	142	19	110	31	97
7	139	20	109	32	97
8	136	21	108	33	96
9	133	22	107	34	95
10	130	23	105	35	94
11	127	24	104	36	91
12	124	25	103	37	88
13	122	26	102	38	85
14	120	27	101	39	82
15	117	28	100	40	80
16	115				

XI. Untersuchung der Schmiermittel.

Die Prüfung der Schmiermittel erstreckt sich im allgemeinen auf Bestimmung des Säure-, Wasser-, Aschengehaltes und auf Ermittlung des Flammpunktes. Als Schmiermittel werden Mineralöle und Tier- und Pflanzenöle verwendet. Letztere haben den Vorzug größerer Schlüpfrigkeit, jedoch den Nachteil des Verharzens.

Prüfung auf Säure.

I. Auf Mineralsäure.

a) **Qualitativ.** Man schüttelt ca. 100 ccm heißes Öl mit etwa 150 ccm heißem destilliertem Wasser in einem Kolben so lange, bis Öl und Wasser gleichmäßig verteilt erscheinen. Nachdem nach einiger Zeit der Ruhe die Trennung in zwei Schichten wieder erfolgt ist, läßt man den wäßrigen Auszug durch ein trocknes Filter laufen und prüft mit einigen Tropfen Methylorange (0,15 g Methylorange in 500 ccm Wasser gelöst) auf Säure. Eintretende Rotfärbung deutet auf Anwesenheit von Mineralsäure. (In der Regel Schwefelsäure, die von der Raffination her stammt.)

b) **Quantitativ.** 100 ccm heißes Öl werden mit 150 ccm heißem, destilliertem Wasser wie oben ausgeschüttelt. Der wäßrige Auszug wird mit $\frac{1}{10}$ n. Natronlauge titriert. Als Indikator verwendet man einige Tropfen Methylorange.

Beispiel:

Bis zum Umschlag in Gelb wurden 12 ccm $\frac{1}{10}$ n. Natronlauge verbraucht, die einem Säuregehalt von 0,048% entsprechen, da 1 ccm $\frac{1}{10}$ n. Natronlauge 0,004 g Säure (auf SO_3 berechnet) äquivalent ist.

Mineralsäuren sollen in Schmiermitteln nicht vorhanden sein.

II. Auf organische Säure.

Quantitativ. Nach Holde¹⁾ füllt man einen geeichten, 10 ccm fassenden Scheidetrichter mit 10 ccm Öl und läßt diese in einen ca. 300 ccm fassenden Erlenmeyerkolben fließen. Die an den Wandungen zurückgebliebenen Öreste werden mit einer phenolphthaleinhaltigen, unmittelbar vor dem Versuch neutralisierten Mischung von 4 Teilen Äther und einem Teil Alkohol in den Kolben gespült, bis die Öllösung eine 2—3 cm hohe Schicht bildet. Nach gutem Durchschütteln der Mischung titriert man mit alkoholischer $\frac{1}{10}$ n. Natronlauge bis zur eben bleibenden Rotfärbung der Flüssigkeit. Die durch Titration ermittelte Säuremenge in Mineralschmierölen berechnet man in der Regel auf SO_3 , da das Molekulargewicht der harzartigen Körper oder Naphthenkarbonsäuren, die dem Öl den sauren Charakter verleihen, schwankend ist.

Beispiel:

Bis zum Umschlag in Rot wurden an $\frac{1}{10}$ n. Natronlauge 20 ccm verbraucht, die, da ein jeder Kubikzentimeter 0,004 g SO_3 entspricht, $20 \cdot 0,004 = 0,08$ g SO_3 gleichwertig sind. Hieraus berechnet sich für das untersuchte Öl ein Säuregehalt von 0,8% (als SO_3 berechnet).

Bei dunkelfarbigem Ölen ist der Umschlag der Methyloange in Rot bei Gegenwart von Säure zu schwach, um mit Sicherheit erkannt zu werden. Man verwendet daher als Indikator „Alkaliblau 6b“. (Zu beziehen von Meister, Lucius und Brüning.) Dieses erscheint in saurer Lösung rot, in alkalischer Lösung blau.

Künstlich rotgefärbte Öle müssen zunächst entfärbt werden, um beim Titrieren einen Farbumschlag erkennen zu lassen. Ist der Farbstoff in verdünnter Salzsäure löslich,

Bestimmung des Säuregehaltes in künstlich gefärbten Ölen.

¹⁾ Untersuchung der Mineralöle und Fette von Dr. D. Holde. Berlin 1905. Verlag von Julius Springer.

so schüttelt man nach Holde eine Petrolätherlösung des Öles mit verdünnter Salzsäure aus, entfernt die Mineralsäure durch Auswaschen mit Wasser und titriert die nun entfärbte Öllösung, wie oben angegeben, auf organische Säure.

Ist der dem Öl beigegebene Farbstoff in verdünnter Salzsäure unlöslich, so reduziert man nach Marcusson den Farbstoff mit Zinn und Salzsäure zur farblosen Leukobase oder zu farblosen Spaltungsprodukten. Das entfärbte Öl wird mit Petroläther aufgenommen, die Mineralsäure durch Auswaschen mit Wasser entfernt und die Öllösung wie oben titriert.

Helle Mineralöle enthalten für gewöhnlich keine freie Säure oder höchstens 0,03%. In dunklen Mineralölen steigt der Säuregehalt bis 0,3%.

Bestimmung des Wassergehaltes.

a) Qualitativ. In einem Reagenzröhrchen erhitzt man Öl mit wenig entwässertem Kupfersulfat. Eintretende Blaufärbung, die durch das gelbe Öl grünlich erscheint, deutet auf Anwesenheit von Wasser.

b) Quantitativ. In einer 6—10 cm weiten Glaschale werden nach Holde¹⁾ 10—12 g des durchgeschüttelten Öles so lange auf einem stark kochenden Wasserbade erhitzt, bis beim Rühren mit einem Glasstab der Schaum verschwunden ist. Die vorher aufsteigenden Wasserdampfbläschen werden mit dem Stabende an den Wandungen der Schale zerdrückt. Aus dem nach dem Erkalten festgestellten Gewichtsverlust ergibt sich der Gehalt an Wasser im Öl.

Bei leicht verdampfenden Ölen ist es notwendig, den Verlust an Öl, hervorgerufen durch das Erhitzen auf dem Wasserbade, bei der Berechnung des Wassergehaltes in Abzug zu bringen. Man bestimmt den Verlust durch einen

¹⁾ Untersuchung der Mineralöle und Fette nach Dr. D. Holde. Berlin 1905. Verlag von Julius Springer. S. 169—171.

Parallelversuch; man erhitzt auf dem Wasserbade gleichzeitig in einer zweiten Porzellanschale eine entwässerte Probe des Öles so lange, bis in der ersten Schale der Schaum verschwunden ist. Der Gewichtsverlust gibt die Menge des verdampften Öles an.

Beispiel:

Angewandt 10,2 g des zu untersuchenden Öles:

Glasschale + Öl vor dem Erhitzen	42,42 g
Glasschale + Öl nach dem Erhitzen	42,26 „
<hr/>	
Gewichtsverlust an Wasser und verdampftem Öl	0,16 g = 1,568‰.

Angewandt 10,4 g wasserfreies Öl zur Bestimmung des verdampften Öles:

Glasschale + Öl vor dem Erhitzen	49,84 g
Glasschale + Öl nach dem Erhitzen	49,74 „
<hr/>	
Gewichtsverlust durch verdampftes Öl	0,10 g = 0,962‰,
welche von dem Gesamtverlust 1,568‰ abzuziehen sind.	
Das vorliegende Öl enthält demnach $1,568 - 0,962‰ = 0,606‰$ Wasser.	

Ein geringer Wassergehalt ist im allgemeinen nicht schädlich. Nur für Dochtschmierung bestimmte Öle sollten nicht mehr als 0,5‰ Wasser enthalten.

20—30 g des zu untersuchenden Öles werden in einem gewogenen Porzellantiegel vorsichtig erhitzt und entzündet. Das Abbrennen unterstützt man durch Erhitzen mit kleiner Flamme. Die kohligen Rückstände werden unter starkem Glühen zu Kohlendioxyd verbrannt und die Asche nach dem Erkalten im Exsikkator gewogen.

Beispiel:

Angewandt 22,10 g Öl:

Tiegel + Asche	20,22 g
Tiegel leer	20,21 „
<hr/>	
Asche	0,01 g.

Bestimmung des
Aschengehaltes.

Hieraus berechnen sich 0,045 % Asche. Der Aschengehalt soll bei guten Maschinenölen 0,01 %, bei Zylinderölen 0,08 % nicht übersteigen.

**Ermittlung des
Flammpunktes.**

In eine auf einem Dreifuß ruhende Sandbadschale mit hohen Wänden bringt man eine fingerdicke Schicht feinen Sandes und setzt auf diese einen Porzellantiegel von ca. 50 ccm Fassungsvermögen, den man bis 1 cm vom Rande mit Öl gefüllt hat. Ein Thermometer wird durch Einspannen in ein Stativ so befestigt, daß es mit seiner Quecksilberkugel in das Öl eintaucht. Hierauf erhitzt man langsam und gleichmäßig und macht bei 120° die erste Flammpunktsprobe. Man führt dieselbe so aus, daß man eine 10 mm lange Zündflamme — die man sich mittelst eines Lötrohres herstellt, dessen Mundstück mit der Gasleitung verbunden ist, — in wagerechter Richtung über dem Tiegel so hin und her bewegt, daß sich die Flamme jedesmal 4 Sekunden lang über dem Tiegel befindet. Die so von den Dämpfen des Öles umspülte Flamme darf jedoch nicht den Tiegel oder das zu prüfende Öl berühren, vielmehr soll sie 2—3 mm von der Oberfläche des Öles entfernt bleiben.

Diesen Versuch setzt man bis 145° von 5 zu 5° fort, von 145° an aufwärts prüft man bei jedem Grade. Bemerkt man beim Annähern der Zündflamme ein Aufleuchten oder schwaches Verpuffen, so liest man die den Flammpunkt bestimmende Temperatur ab.

Der Flammpunkt soll bei Zylinderschmierölen möglichst über 200° liegen.

Verlag von Julius Springer in Berlin.

Chemisch-technische Untersuchungsmethoden.

Mit Benutzung der früheren

von Dr. Friedrich Böckmann bearbeiteten Auflagen

und unter Mitwirkung von

E. Adam, F. Barnstein, Th. Beckert, O. Böttcher, C. Cunceler, K. Dieterich, K. Dümmler, A. Ebertz, C. v. Eckenbrecher, F. Fischer, F. Frank, H. Freudenberg, E. Gildemeister, R. Gnehm, O. Guttman, E. Haselhoff, W. Herzberg, D. Holde, W. Jettel, H. Köhler, Ph. Kreiling, K. B. Lehmann, J. Lewkowitsch, C. J. Lintner, E. O. v. Lippmann, E. Marckwald, J. Messner, J. Pässler, O. Pfeiffer, O. Pufahl, H. Rasch, O. Schluttig, C. Schoch, G. Schüle, L. Tietjens, K. Windisch, L. W. Winkler

herausgegeben von

Prof. Dr. Georg Lunge.

Fünfte, vollständig umgearbeitete und vermehrte Auflage.

In drei Bänden.

Erster Band.

953 Seiten Text, 49 Seiten Tabellen-Anhang.

Mit 180 Textabbildungen.

Preis M. 20,—; in Halbleder gebunden M. 22,—.

Zweiter Band.

842 Seiten Text, 8 Seiten Tabellen-Anhang.

Mit 153 Textabbildungen.

Preis M. 16,—; in Halbleder gebunden M. 18,—.

Dritter Band.

1247 Seiten Text, 57 Seiten Namen- und Sachregister, 44 Seiten Tabellen-Anhang.

Mit 119 Textabbildungen und 3 Tafeln.

Preis M. 26,—; in Halbleder gebunden M. 28,50.

Anleitung zur chemisch-technischen Analyse.

Für den Gebrauch an Unterrichts-Laboratorien

bearbeitet von

Prof. F. Ulzer und Dr. A. Fraenkel.

Mit in den Text gedruckten Figuren. — In Leinwand gebunden Preis M. 5,—.

Tafel zur Ermittlung des Zuckergehaltes wässeriger Zuckerlösungen

aus der Dichte bei 15°.

Zugleich Extrakttafel für die Untersuchung von Bier, Süßweinen, Likören, Fruchtsäften etc.

Nach der

amtlichen Tafel der Kaiserlichen Normal-Eichungs-Kommission berechnet
von **Dr. Carl Windisch.**

Kartonierte Preis M. 3,—.

Zu beziehen durch jede Buchhandlung.

Verlag von Julius Springer in Berlin.

Hilfsbuch für Nahrungsmittel-Chemiker zum Gebrauch im Laboratorium.

Für die Arbeiten der Nahrungsmittelkontrolle, der gerichtlichen Chemie und anderer Zweige der öffentl. Chemie
verfaßt von

Dr. A. Bujard und Dr. Ed. Baier.

Zweite, umgearbeitete Auflage.

Mit in den Text gedruckten Abbildungen. — In Leinw. gebunden Preis M. 10,—.

Die Untersuchung des Wassers.

Ein Leitfaden

zum Gebrauch im Laboratorium für Ärzte, Apotheker und Studierende
von **Dr. W. Ohlmüller.**

Zweite, durchgesehene Auflage.

Mit 75 Textfiguren und einer Lichtdrucktafel. — In Leinw. geb. Preis M. 5,—.

Das Mikroskop und seine Anwendung.

Handbuch der

praktischen Mikroskopie und Anleitung zu mikroskopischen Untersuchungen
von **Dr. Hermann Hager.**

Nach dessen Tode vollständig umgearbeitet und in Gemeinschaft mit
Dr. O. Appel, Dr. G. Brandes und Dr. P. Stolper
neu herausgegeben von

Prof. Dr. Carl Mez.

Neunte, stark vermehrte Auflage.

Mit 401 Textfiguren — In Leinwand gebunden Preis M. 8,—.

Chemiker-Kalender.

Ein Hilfsbuch

für Chemiker, Physiker, Mineralogen, Industrielle, Pharmazeuten, Hüttenmänner etc.

Von **Dr. Rudolf Biedermann.**

In zwei Teilen.

I. Teil in Leinwandband. — II. Teil (Beilage) geheftet. Preis zus. M. 4,—.

I. Teil in Lederband. — II. Teil (Beilage) geheftet. Preis zus. M. 4,50.

Erscheint alljährlich.

Der Betriebs-Chemiker.

Ein Hilfsbuch für die Praxis des chemischen Fabrikbetriebes.

Von **Dr. Richard Dierbach,**

Fabrikdirektor.

Mit 117 Textfiguren. — In Leinwand gebunden Preis M. 8,—.

Zu beziehen durch jede Buchhandlung.