

Anleitung

zur

Ausführung der Polarisation.

Zur Ausführung der Polarisation bedient man sich entweder eines Benzke-Soleilschen Farbenapparats oder des Halbschattenapparats von Schmidt & Haensch. Die Arbeitsweise für beide Instrumente ist nur in einzelnen Punkten verschieden. Es gilt deshalb das in nachfolgender Instruktion im allgemeinen Gesagte für beide Apparate; unter a ist demnächst das ausschließlich auf den Farbenapparat, unter b das auf den Halbschattenapparat Bezügliche angegeben.

Unbedingtes Erforderniß ist, daß man vor Ingebrauchnahme des Instruments sich von seiner Richtigkeit überzeuge. Es geschieht dies, indem man den Nullpunkt des Apparats einstellt und sich von der Richtigkeit der Skala des Apparats mittelst sogenannter Normalquarzplatten, deren Polarisation bekannt ist, oder einer Normalzuckerlösung, welche im Apparat 100° zeigt, überzeugt.

Bei der Bestimmung der Polarisation eines Zuckers ist folgendermaßen zu verfahren:

Man stellt auf der amtlich gelieferten Waage zunächst die Tara eines zur Aufnahme des zu untersuchenden Zuckers zweckmäßig an den beiden Langseiten ungebogenen Kupferblechs fest und bringt darauf 26,048 g des zu untersuchenden Zuckers, das ist diejenige Menge, welche als Normalgewicht zu bezeichnen ist. Der Bequemlichkeit halber benutzt man dazu ein Gewichtsstück, welches auf die angegebene Anzahl Gramme justirt ist. Falls die Zuckerprobe, welche untersucht werden soll, nicht gleichmäßig gemischt war, ist es nothwendig, dieselbe eventuell unter Zerdücken der Klumpen mit einem Pistill oder mit der Hand vor dem Abwägen gut durchzurühren. Die Wägung muß mit einer gewissen Schnelligkeit geschehen, weil besonders in warmen Räumen sonst während der Ausführung derselben die Substanz Wasser abgeben kann, wodurch die Polarisation erhöht wird. Man schüttet den abgewogenen Zucker alsdann vom Kupferblech auf einen Messingtrichter, bringt ihn mittelst eines Glasstabes in das 100 Kubikcentimeter-Kölbchen, spült anhängende Zuckertheilchen mit etwa 80 Kubikcentimeter destillirtem Wasser von Zimmertemperatur, welches man einer Spritzflasche entnimmt, nach und bewegt die Flüssigkeit im Kolben unter leisem Schütteln und Zerdücken größerer Klumpchen mit einem Glasstab so lange, bis sämtlicher Zucker sich gelöst hat. Etwas unlösliche Bestandtheile wie Sand und dergleichen erkennt man daran, daß sie sich mit dem Glasstab nicht zerdücken lassen. Am Glasstab haftende Zuckerlösung wird beim Entfernen desselben mit destillirtem Wasser ins Kölbchen zurückgespült. Schließlich wird das Volumen der Flüssigkeit im Kolben mittelst destillirten Wassers genau bis zu der 100 Kubikcentimeter zeigenden Marke aufgefüllt. Zu diesem Zweck nimmt man den Kolben in die Hand, hält ihn in senkrechter Stellung so vor sich, daß die Marke sich in der Höhe des Auges befindet, und setzt Wasser zu, bis die untere Kuppe der Flüssigkeit im Kolbenhalse in eine Linie mit dem als Marke dienenden Messingstreich im Glase fällt.

Die hier beschriebene Art des Verfahrens gilt jedoch nur für solche Zucker, welche bei nachfolgender Filtration durch Papier ganz klare Flüssigkeiten geben beziehungsweise nicht so dunkel gefärbt sind, daß die Lösung im Polarisationsapparat nicht hinlänglich durchsichtig erscheint.

Wenn diese Voraussetzungen nicht zutreffen, so muß man die Zuckerlösung klären beziehungsweise entfärben.

Abwägen und Auflösen der Probe, Auffüllen zu 100 ccm.

Klärung.

a) Bei Verwendung des Farbenapparats benutzt man als Klärmittel, je nachdem Zucker ersten oder zweiten Produkts oder Nachprodukte zur Untersuchung stehen, und je nachdem man eine Lampe von größerer oder geringerer Lichtintensität besitzt (vergl. weiter unten), 2 bis 3, 3 bis 10 beziehungsweise 10 bis 20 Tropfen oder noch mehr Bleiessig, welcher der Zuckerlösung aus einer Heberspritzflasche oder einer kleinen Pipette zugefügt wird. Gelingt die Klärung in dieser Weise nicht, so läßt man dem Bleiessigzusatz denjenigen von ebensoviel Alaunlösung folgen, oder man setzt zuerst einen bis mehrere Kubikcentimeter Alaunlösung und darauf eine größere Menge Bleiessig als zuvor hinzu, bis es gelingt, ein Filtrat von weißlicher oder gelbweißer Farbe zu erzielen. Werden die Lösungen dennoch nicht klar, so wird nur mit Bleiessig geklärt und das Filtrat mit möglichst wenig (1, 2, auch 3 g) extrahierter Blutkohle oder bei 120 Grad getrockneter Knochenkohle verseht. Bei Anwendung derselben ist das Polarisationsergebnis um den Betrag des Absorptionskoeffizienten zu erhöhen, welcher für die dem Beamten gelieferte Kohle angegeben ist.

Nach der Klärung wird der innere Theil des Halses, das Kölbchen mit destillirtem Wasser, welches einer Heberspritzflasche oder einer gewöhnlichen Spritzflasche entnommen wird, abgespült und durch tropfenweises Zulaufenlassen die Flüssigkeit auf genau 100 Kubikcentimeter aufgefüllt. Zu diesem Zweck bringt man in der vorgeschriebenen Weise das Kölbchen in senkrechter Stellung vor das Auge und setzt Wasser hinzu, bis der Flüssigkeitsstrich des Glases und die untere Kuppe der Flüssigkeit in eine Linie fallen. Hierauf wird mit Filzpapier etwa im Halse des Kölbchens noch anhaftende Flüssigkeit abgetupft, die Oeffnung desselben durch Andrücken des Daumens oder des Zeigefingers geschlossen und der Inhalt des Kolbens durch wiederholtes Umkehren und Schütteln desselben gut durchgemischt.

b) Bei Benutzung von Halbschattenapparaten genügt für Rohzucker ersten Produkts in der Regel als Klärmittel der Zusatz eines dünnen Breis von Thonerdehydrat, welcher in Mengen von 3 bis 5 Kubikcentimeter in das 100 Kubikcentimeter-Kölbchen vor dem Auffüllen zur Marke mittelst einer Pipette gegeben wird. Nur wenn die Zuckerlösung sehr dunkel gefärbt ist, muß als Klärungsmittel Bleiessig angewendet werden. Bezüglich des Zusatzes desselben wird hier ebenso verfahren, wie unter a für die Farbenapparate angegeben. Läßt sich mit Bleiessig allein genügende Klärung nicht erzielen, so wird Alaunlösung in der ebenfalls unter a beschriebenen Weise zu Hülfe genommen. Bis zur Verwendung von Blut- oder Knochenkohle wird man hier kaum zu gehen brauchen, da im Halbschattenapparat noch ziemlich dunkle Zuckerlösungen polarisirt werden können.

Schließlich wird auch hier zur Marke aufgefüllt.

Bezüglich der Klärung gelten folgende allgemeine Bemerkungen für beide Apparate:

1. Die Flüssigkeit kann um so dunkler gefärbt sein, je größer die Lichtintensität der Lampe ist, welche zur Beleuchtung des Polarisationsapparats dient. Besitzt man die patentirte Lampe mit Reflektor von Schmidt & Hänsch, welche sowohl für Gas als Petroleum eingerichtet ist, so wird man auch bei Farbenapparaten Blutkohle oder Knochenkohle zur Klärung nicht bedürfen, überhaupt im allgemeinen viel weniger von dem Klärmittel gebrauchen, als wenn man eine minder vollkommene Lampe zur Verfügung hat. Menge und Art des Klärmittels sind also nicht nur von der Beschaffenheit der zu untersuchenden Probe, sondern auch von der Qualität der Lampe abhängig.
2. Bei Anwendung von Bleiessig zur Klärung darf nie ein Ueberschuß davon verwandt werden. Ein neuer Tropfen Bleiessig muß stets noch einen deutlichen Niederschlag in der Flüssigkeit hervorbringen. Bei einiger Uebung lernt man sehr bald den Punkt finden, wo mit dem Bleiessigzusatz aufgehört werden muß. Ist zuviel zugefügt worden, so muß der Ueberschuß durch nachträglichen Zusatz von Alaun in der oben unter a beschriebenen Weise ausgefällt werden.
3. Es ist dringend nöthig, nach dem Auffüllen zu 100 Kubikcentimeter auf das Durchschütteln der Flüssigkeit die größte Sorgfalt zu verwenden, da andernfalls eine genaue Polarisation unmöglich ist.

Filtration

Man schreitet alsdann zur Filtration der Flüssigkeit, welche mittelst eines in einen Glasrichter eingesetzten Papierfilters geschieht. Der Trichter wird auf einen sogenannten Filtrircylinder gestellt, welcher die Flüssigkeit aufnimmt, und wird während der Operation, um Verdunstung zu verhüten, mit einer Glasplatte oder einem Uhrglase bedeckt gehalten. Trichter und Cylinder müssen

ganz trocken sein, um nicht durch eventuellen Feuchtigkeitsgehalt derselben eine nachträgliche Verdünnung der 100 Kubikcentimeter zu bewirken.

Zweckmäßig wird das Filter gerade so groß genommen, daß man die 100 Kubikcentimeter Flüssigkeit auf einmal aufgeben kann; es empfiehlt sich ferner, falls das Papier nicht sehr dick ist, ein doppeltes Filter anzuwenden. Die ersten durchlaufenden Tropfen werden weggegossen, weil sie trübe sind und in ihrer Konzentration durch einen eventuellen Feuchtigkeitsgehalt des Papiers beeinflusst sein können. Auch das nachfolgende Filtrat muß häufig wiederholt auf das Filter zurückgegossen werden, ehe die Flüssigkeit klar durchläuft. Es ist dringend nothwendig, diese Vorsichtsmaßregel nicht zu verabsäumen, da nur mit ganz klaren Flüssigkeiten sich sichere polarimetrische Beobachtungen anstellen lassen.

Nachdem auf die beschriebene Weise eine klare Lösung durch Filtration erzielt worden ist, wird ein Theil der Flüssigkeit aus dem Cylinder, welcher zum Auffangen derselben gedient hat, in die Röhre eingefüllt, welche zur polarimetrischen Beobachtung dienen soll.

Man bedient sich dazu in der Regel 200 mm langer, genau justirter Messing- oder Glasröhren, deren Verschluss an beiden Enden durch runde Glasplatten, sogenannte Deckgläschen, bewirkt wird. Festgehalten werden die Deckgläschen entweder durch eine aufzusetzende Schraubenkapsel oder an Röhren neuer Konstruktion, die vorzuziehen sind, durch eine federnde Kapsel, welche einfach über das Rohr geschoben und von der Feder festgehalten wird. Bei Auflösung von 26,048 g Zucker zu 100 und Benutzung einer derartigen Röhre zeigt der Polarisationsapparat direkt den Prozentgehalt an Zucker in der zu untersuchenden Probe an. Zuweilen ist es jedoch vorzuziehen, statt des 200 mm langen Rohres nur ein 100 mm-Rohr zu benutzen, in solchen Fällen nämlich, wo trotz aller Klärversuche die Flüssigkeit zu dunkel geblieben ist, um in einem 200 mm-Rohr hinlänglich durchsichtig zu sein, wohl aber im 100 mm-Rohr sich die Beobachtung im Apparat ausführen läßt. In diesen Fällen muß das abgelesene Resultat mit 2 multipliziert werden, um Prozente Zucker zu geben.

Vor dem Einfüllen der Flüssigkeit in die Röhren muß man sich zunächst überzeugen, daß die Röhren auf das gründlichste gereinigt und gut getrocknet seien. Diese Reinigung geschieht zweckmäßig durch wiederholtes Auspülen mit Wasser und Nachstoßen eines trockenen Propfens aus Filtrirpapier mittelst eines Holzstabes. Desgleichen müssen die Deckgläser blank gepulvt sein und dürfen nicht fehlerhafte Stellen und Schrammen zeigen. Bei dem Füllen des Rohres ist unnützes Erwärmen mit der Hand zu vermeiden. Man faßt deshalb das unten geschlossene Rohr mit zwei Fingern am oberen Theil an und umschließt es nicht mit der ganzen Hand, gießt alsdann das Rohr so voll, daß die Flüssigkeitsskuppe die obere Oeffnung derselben überragt, wartet kurze Zeit, um etwa hineingekommenen Luftblasen Zeit zum Aufsteigen zu lassen, und schiebt das Deckgläschen von der Seite in wagerechter Richtung über die Oeffnung des Rohres. Letztere Operation muß so schnell und sorgfältig ausgeführt werden, daß keine Luftblase unter das Deckgläschen gelangen kann, wie überhaupt die Flüssigkeit im Rohr gänzlich frei von Bläschen sein muß. Ist das Ueberschieben des Deckgläschens das erste Mal nicht befriedigend ausgefallen, so muß es wiederholt werden; man pulvt zu dem Zweck das Deckgläschen von neuem trocken und blank und stellt die Kuppe der Zuckerslösung im Rohr durch Hinzufügen einiger neuer Tropfen der Flüssigkeit wieder her. Nach dem Aufschieben des Deckgläschens wird das Rohr mit der Schraubenkapsel beziehungsweise federnden Schieberkapsel verschlossen. Wendet man Schraubenkapseln an, so ist mit peinlicher Sorgfalt darauf zu achten, daß dieselben lose nur so weit angezogen werden, daß das Deckgläschen eben nur in feste Lage gebracht wird; sind die Deckgläschen zu fest angezogen, so werden dieselben optisch aktiv und man erhält falsche Resultate bei der Polarisation. Ist eine Schraube zu stark angezogen gewesen, so genügt es häufig nicht, dieselbe zu lockern und dann sofort die Polarisation vorzunehmen, man muß vielmehr längere Zeit damit warten, da die Deckgläschen ihr angenommenes Drehungsvermögen zuweilen nur langsam wieder verlieren, und muß die Polarisation alsdann von 10 zu 10 Minuten wiederholen, bis die Resultate konstant sind.

Nachdem das Rohr gefüllt ist, wird der Polarisationsapparat zur Beobachtung bereit gemacht, indem man die Lampe anzündet. Dieselbe ist so weit als möglich von dem Apparat aufzustellen, und zwar bei Anwendung der Reflektorlampe von Schmidt & Haensch in einer Entfernung von 35 bis 40 cm, bei Anwendung gewöhnlicher Lampen von schwächerer Lichtintensität in solcher von mindestens 15 cm vom Apparat. Mit größter Sorgfalt ist darauf zu achten, daß die Lampe

Füllung in das
200 mm-Rohr.

Handhabung des
Polarisations-
apparates.

gut im Stande sei. Jede Veränderung in der Beschaffenheit der Flamme, sowie der Lage der Lampe zum Apparat, also Hoch- und Niederschrauben des Dochtes beziehungsweise der Flamme, Vorwärtsschieben oder Drehen derselben verändert auch das Resultat. Lage und Intensität der Lichtquelle dürfen deshalb während der Beobachtung keine Veränderung erfahren.

Im übrigen trägt man Sorge, den Raum, in welchem der Polarisationsapparat steht, nach Möglichkeit durch Vorhängen der Fenster und dergleichen zu verdunkeln, da die Beobachtungen sich um so besser ausführen lassen, je weniger das Auge durch seitliche Lichtstrahlen gestört wird.

Durch Verschiebung des Apparats beziehungsweise des Fernrohrs, welches an dem vorderen Ende desselben sich befindet, sucht man alsdann denjenigen Punkt der Einstellung, wo der Faden, welcher das Gesichtsfeld im Apparat in zwei Theile theilt, scharf zu erkennen ist. Man drückt dabei das Auge nicht direkt an das Fernrohr an, sondern hält dasselbe in einer Entfernung von vielleicht 1 bis 3 cm davon, sorgt dafür, daß der Körper sich während der Dauer der Beobachtung in angemessener bequemer Stellung befindet, da jede Verrenkung desselben auch zu unnötiger Anstrengung des Auges führt. Wenn der Apparat richtig eingestellt ist, so muß das Gesichtsfeld kreisrund und scharf begrenzt erscheinen. Man beruhige sich niemals mit einer unvollkommenen Erfüllung dieser Vorbedingungen der polarimetrischen Analyse, sondern ändere Lage der Lampe beziehungsweise des Apparats und Stellung des Fernrohrs so lange, bis man das bezeichnete Ziel erreicht hat.

Nullpunkt-
einstellung.

Alsdann schreitet man zur Einstellung des Nullpunktes. Anfänger thun gut dabei, ein mit Wasser gefülltes Rohr in den Apparat zu legen, weil dadurch das Gesichtsfeld vergrößert und die Beobachtung erleichtert wird.

a) Bei den Farbenapparaten nach Benske-Soleil muß der Einstellung des Nullpunktes die der sogenannten teinte de passage vorausgehen, welche mittelst der rechten seitlichen Schraube geschieht. Man dreht so lange, bis man einen gewissen, bei einiger Übung leicht zu findenden hellblauen bis blauvioletten Ton bei ungefährer Nullpunkteinstellung gefunden hat. Die Scharfeinstellung des Nullpunktes geschieht, indem man die Schraube unterhalb des Fernrohrs in hin- und hergehende Bewegung setzt und endlich denjenigen Punkt fixirt, wo die beiden durch den Faden getrennten Hälften des Gesichtsfeldes genau gleich gefärbt erscheinen.

b) Bei dem Halbschattenapparat ist für die Nullpunkteinstellung keine Vorbereitung von nöthen; sie geschieht ohne weiteres durch Spielenlassen der unterhalb des Fernrohrs befindlichen Schraube und Fixiren des Punktes, wo beide Hälften des Gesichtsfeldes gleich beschattet erscheinen.

Das Resultat der Nullpunkt-ablesung wird bei beiden Apparaten in gleicher Weise festgestellt. Man liest an der mit einem Nonius versehenen Skala des Apparats, welche man durch Verschiebung eines zur Beobachtung derselben dienenden Fernrohrs und durch Beleuchtung mit einer Kerze scharf sichtbar machen kann, das Resultat der Einstellung ab. Auf dem festliegenden Nonius ist der Raum von 9 Theilen der Skala in 10 gleiche Theile getheilt. Der Nullpunkt des Nonius zeigt die ganzen Grade an, die Theilung des Nonius wird zur Ermittlung der zuzuzählenden Zehntel benutzt. Wenn der Nullpunkt des Apparats richtig steht, so muß die ihn bezeichnende Linie mit der des Nullpunktes des Nonius zusammenfallen. Ist dies nicht der Fall, so muß die gefundene Abweichung notirt und nachher bei der Polarisation in Anrechnung gebracht werden.

Man begnügt sich nicht mit einer Einstellung des Nullpunktes, sondern macht eine größere Anzahl, vielleicht 5 bis 6, und nimmt das Mittel aus den sich anschließenden Ableesungen an der Skala. Geben eine oder mehrere der Ableesungen eine Abweichung von mehr als $\frac{3}{10}$ Theilstrichen gegenüber dem großen Durchschnitt, so werden dieselben als unrichtig verworfen. Zwischen jeder einzelnen Beobachtung gönnt man dem Auge 20 bis 40 Sekunden Ruhe.

Polarisation der
Lösung.

Nachdem die Nullpunkteinstellung stattgefunden hat, wird das Rohr mit der Zuckerlösung in den Apparat gelegt. Man wiederholt jetzt die Scharfeinstellung des Fernrohrs, bis der Faden wieder deutlich sichtbar wird. Unter allen Umständen muß, wie wiederholt hervorgehoben wird, ein scharfes kreisrundes Bild erzielt werden, um richtige Resultate erhalten zu können. Läßt sich das durch Veränderung in der Einstellung nicht erreichen, sondern erscheint das Gesichtsfeld getrübt, so ist es nöthig, die ganze Untersuchung noch einmal von vorn zu beginnen. Hat man dagegen ein klares Bild erzielt, so dreht man die Schraube solange, bis wiederum a im Farbenapparat Farbensgleichheit, b im Halbschattenapparat gleiche Beschattung eingetreten ist. Ist durch Spielenlassen der Schraube der Punkt möglichst genau festgestellt, so liest man die ganzen Procente Zucker

an der Skala, als durch denjenigen Punkt bezeichnet, welcher zunächst dem Nullpunkt des Nonius steht, die Zehntel mittelst des Lesern ab. Wiederum führt man 5 bis 6 Beobachtungen in Zwischenräumen von 10 bis 40 Sekunden aus und nimmt als Endresultat der Polarisation den mittleren Durchschnittswert an. Stand der Nullpunkt nicht genau ein, so muß man die Abweichung desselben hinzurechnen, wenn derselbe nach links, dagegen abziehen, wenn er nach der rechten Seite verschoben war.

Hat man mehrere Analysen neben einander auszuführen, so ist es nicht nötig, vor jeder einzelnen den Nullpunkt zu kontrollieren, sondern es genügt, wenn dies nach Verlauf je einer Stunde geschieht.

Von Zeit zu Zeit, besonders aber, wenn der Polarisationsapparat starken Erschütterungen ausgesetzt gewesen ist, ist es notwendig, sich von der Richtigkeit desselben zu überzeugen; dieses geschieht, wie eingangs erwähnt, durch Einstellung des Nullpunkts, Kontrolle der Skala durch eine Quarzplatte oder durch Prüfung des Hundertpunkts, indem 26,048 g chemisch reiner Zucker, der zu diesem Zwecke vorrätig gehalten wird, in der beschriebenen Weise gelöst und untersucht wird. Wenn der Nullpunkt richtig stand, muß die Zuckerlösung genau 100 Grad polarisieren.

Kontrolle der Richtigkeit des Apparates.

a) Bei den Farbenapparaten wird demgemäß die Ablenkung der Quarzplatte beziehungsweise der Zuckerlösung zur Kontrolle der Skala in derselben Weise, wie oben für die zu untersuchende Zuckerlösung beschrieben, bestimmt.

b) Bei Halbschattenapparaten geschieht die Kontrolle der Skala gleichfalls in derselben Weise, mit Quarzplatten oder chemisch reinem Zucker, doch muß hier zuweilen in den Apparat zuvor ein anderes Fernrohr gesteckt werden. Der Grund hierzu liegt darin, daß reine, farblose Zuckerlösungen geben, welche im Halbschattenapparat bei der Untersuchung insofern Schwierigkeiten bereiten, als sich völlige Gleichheit beider Gesichtshälften überhaupt durch Verschieben der Schraube nicht mehr erzielen läßt. Dieselbe Erscheinung tritt ein bei Verwendung von hochpolarisierenden Quarzplatten. Es gelingt aber bei einiger Übung trotzdem, denjenigen Punkt zu finden, welcher der richtigen Einstellung entspricht. Wenn dies nicht möglich ist, setzt man in den Apparat statt des gewöhnlichen Fernrohrs ein solches mit einer dünnen Platte von rothem, chromsaurem Kali ein. Dieselbe beseitigt die Farbenungleichheit, und gelingt alsdann die Einstellung des richtigen Punktes auch solchen, die im Gebrauch des Apparates weniger geübt sind.

Anlage D.

Bestimmungen,

betreffend

die bei der Ausfuhr von kondensirter Milch zu gewährende Steuervergütung für den in dem Fabrikate enthaltenen Zucker.

Die obersten Landes-Finanzbehörden werden ermächtigt, nach Maßgabe der nachstehenden Vorschriften vorbehaltlich jederzeitigen Widerrufs und unter Anordnung spezieller Kontrollmaßregeln für den zur Herstellung kondensirter Milch verwendeten Zucker von der im §. 6 Absatz 1 litt. b des Gesetzes, die Besteuerung des Zuckers betreffend, vom 9. Juli 1887 bezeichneten Beschaffenheit bei der Ausfuhr des Fabrikats oder bei Niederlegung desselben in öffentlichen Niederlagen oder Privatniederlagen unter amtlichem Mitverschuß die Zuckersteuer (Materialsteuer und Verbrauchsabgabe) auf Grund des §. 7 des gedachten Gesetzes zu vergüten:

1. Der Fabrikant hat schriftlich anzuzeigen, in welchem Prozentverhältnis er bei der Herstellung kondensirter Milch Zucker der obenbezeichneten Beschaffenheit zu verwenden beabsichtigt und für jede Art der zur Fällung zu benutzenden Gefäße nähere Angaben bezüglich des Brutto-