

Zur Schnellbestimmung des Wassergehaltes in gefrorenen Limabohnen empfiehlt C. STERLING¹ das Verfahren nach LAUNER-TOMIMATSU², das auf der Bestimmung der Trockensubstanz durch Oxydation mit Dichromat beruht. — *Arbeitsweise.* 100 g der aufgetauten Bohnen werden mit 300 ml Wasser vermischt und mechanisch gerührt. 2 ml dieses Gemischs werden unter Rühren zunächst mit 25 ml einer 1,835 n Kaliumdichromatlösung und dann mit konz. Schwefelsäure vermischt. Nach 4 min verdünnt man mit 150 ml Wasser und bestimmt das überschüssige Dichromat durch potentiometrische Titration mit Eisenammoniumsulfatlösung. Der Wassergehalt ergibt sich aus folgender Beziehung: % Wasser = $100(1 - F \times D)$ (D = ml reduz. Dichromatlösung). Als durchschnittlicher Wert wird für den Dichromatfaktor F je nach Sorte der Ausgangssubstanz 0,01373—0,01419 angegeben. Vergleiche mit der üblichen Trockenmethode im Vakuumofen ergaben eine gute Übereinstimmung; als durchschnittliche Abweichung der beiden Methoden wird 0,33—0,74% angegeben. DORIS HEILIGMANN

Zur polarographischen Bestimmung von Blei in Kakao haben D. J. FERRETT, G. W. C. MILNER und A. A. SMALES³ folgendes Verfahren verwendet. 3 g der 3 Std bei 105° C getrockneten Probe werden in einer Porzellanschale, die zuvor durch eine Hydrogensulfatschmelze und durch Auskochen mit konz. Salpetersäure gereinigt ist, bei gutem Luftzutritt 1 Std bei 500° C verascht. Zutritt von Staub wird durch eine Schutzplatte verhindert. Durch Zugabe von einigen Tropfen reiner Salpetersäure (höchstens 0,5 ml) und erneutes Erhitzen während 20 min auf 500° C werden letzte Reste organischer Substanz zerstört. Nach dem Abkühlen wird unter leichtem Erwärmen in 1 ml reiner, konstant siedender Salzsäure und 1 ml mittels Austauschers gereinigtem Wasser aufgenommen und schließlich auf 10 ml aufgefüllt. 2 ml dieser Lösung werden 10 min mit Stickstoff durchlüftet und dann von —0,30 bis —0,50 V gegen die Bodenanode nach der Methode von G. C. BARKER und I. L. JENKINS⁴ polarographiert. Sofern mit Blindproben gearbeitet wird und auf das sorgfältigste gereinigte Reagentien in den vorgeschriebenen geringen Mengen verwendet werden, liegt der Gehalt der Blindproben so niedrig, (rund 10^{-3} µg/ml), daß Gehalte unter 1 µg/ml zuverlässig erfaßt werden. Die Analyse dieser trocken veraschten Proben ist mit parallel durchgeführten, mit Überchlorsäure und Salpetersäure naß aufgearbeiteten Proben identisch, trotzdem dann nur 0,5 g-Proben verwendet werden und der Gehalt der Blindproben bei 0,5 µg/ml liegt. K. CRUSE

Mehrphasen-Refraktometrie (Schmelzrefraktion). Zur Untersuchung und Unterscheidung von Fetten empfiehlt J. G. THIEME⁵ eine Bestimmung des Brechungsindex der flüssigen Phase unterhalb des Schmelzpunktes des Fettes, solange also noch feste Phase vorhanden ist. Als Bezugstemperatur wird 40° C, als Temperaturkoeffizient 0,00038° C angegeben. Mit Hilfe von Kurven, die man erhält, indem man die Temperatur des Refraktometers langsam (3 min/° C) bis zum Schmelzpunkt des Fettes erhöht und die jeweiligen Werte je Grad oder 2 Grad einträgt, kann eine Aussage über die Zusammensetzung des Fettes gemacht werden. Verf. diskutiert an Hand der Kurven von Talg, Schmalz, Palmöl, Palmkernöl, Kokosfett und Margarine den Einfluß der verschiedenen Faktoren, wie thermische Vorbehandlung, Umesterung und Fetthärtung auf die Beschaffenheit des Fettes.

¹ Food Technol. **9**, 190—191 (1955). Univ. Davis, Calif. (USA).

² LAUNER, H. F., und Y. TOMIMATSU: Food. Technol. **6**, 59 (1952); vgl. diese Z. **138**, 453 (1953).

³ Analyst (London) **79**, 731—734 (1954). Atom. Energy Res. Establ., Harwell, Berks. (England).

⁴ Analyst (London) **77**, 685 (1952); vgl. diese Z. **140**, 45 (1954).

⁵ Fette u. Seifen **56**, 286—291 (1954). Dtsch. Inst. Fettforsch., Münster/Westf.