Zeitschrift: Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

Band: 53 (1962)

Heft: 4

Artikel: Erfahrungen mit dem Pyknometer nach Besson

Autor: Hadorn, H. / Doevelaar, F.H. / Zürcher, K.

DOI: https://doi.org/10.5169/seals-982568

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften auf E-Periodica. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen sowie auf Social Media-Kanälen oder Webseiten ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Mehr erfahren

Conditions d'utilisation

L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. La reproduction d'images dans des publications imprimées ou en ligne ainsi que sur des canaux de médias sociaux ou des sites web n'est autorisée qu'avec l'accord préalable des détenteurs des droits. En savoir plus

Terms of use

The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. Publishing images in print and online publications, as well as on social media channels or websites, is only permitted with the prior consent of the rights holders. Find out more

Download PDF: 15.07.2025

ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, https://www.e-periodica.ch

Erfahrungen mit dem Pyknometer nach Besson

Von *H. Hadorn, F. H. Doevelaar* und *K. Zürcher*
(Laboratorium VSK, Basel)

Vor mehr als 50 Jahren hat *Besson* [1] sein damals neues «vereinfachtes Pyknometer» beschrieben. Einige Jahre später hat er anläßlich der 26. Jahresversammlung des Schweizerischen Vereins analytischer Chemiker in Luzern [2] über die Erfahrungen und Fehlermöglichkeiten berichtet. Seither ist es um dieses handliche Pyknometer recht still geworden, und während vieler Jahre war es im Handel nirgends mehr erhältlich. Im VSK-Labor, der Geburtsstätte des Besson-Pyknometers, hat sich jedoch dieses Gerät seit Jahrzehnten gut bewährt. Für serienmäßige Analysen (z.B. Wein- und Getränkeanalysen) ist es besonders geeignet und wird daher in unserem Laboratorium täglich benutzt. Die Dichtebestimmungen lassen sich einfach, rasch und zuverlässig ausführen. Nach einiger Uebung können in unserem Laboratorium von einem Laboranten pro Stunde 20 Dichten bestimmt werden, wobei die Zeit für das Ausrechnen der Resultate inbegriffen ist. Das Ausrechnen der Resultate mittels einer Näherungsrechnung erfolgt jeweils in der Zwischenzeit, während welcher der Temperaturanstieg im Pyknometer für die nächste Dichtebestimmung abgewartet werden muß.

Das Besson-Pyknometer wird seit einiger Zeit wieder fabriziert*, es soll daher an dieser Stelle noch einmal beschrieben werden, da es sicher dem einen oder andern Kollegen nützlich sein kann.

Die Hauptvorteile, die das Pyknometer nach *Besson* vor allen andern Pyknometern auszeichnen, sind folgende:

1. Einfache Form und Handhabung
2. Bruchgefahr minimal (kein Kapillarröhrchen, kein Hütchen)
3. Große Genauigkeit (bis auf die 4., wenn nötig sogar auf die 5. Dezimale genau)
4. Geringer Zeitaufwand (nach 3 bis 5 Minuten ist eine Bestimmung beendet)
5. Vereinfachte Berechnung (kein Logarithmieren nötig, da das Resultat sogleich hingeschrieben werden kann).

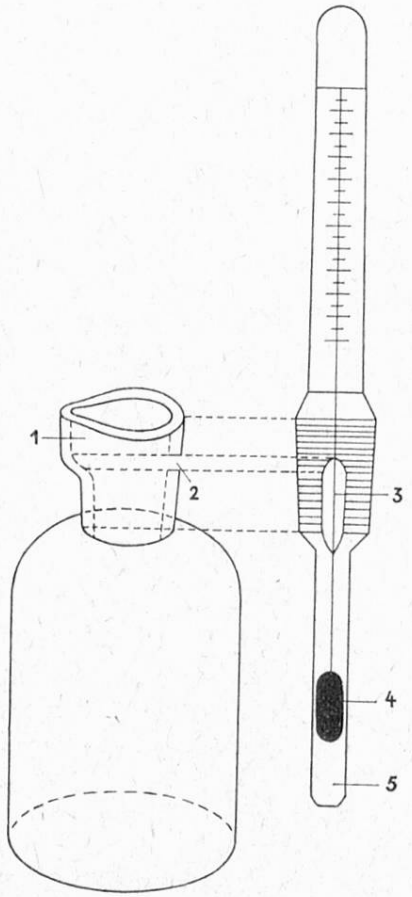
Beschreibung des Pyknometers (siehe Figur)

Im Hals mit Normalschliff des Pyknometer-Unterteils befindet sich auf der einen Seite eine Ausbuchtung (1), auf der entgegengesetzten Seite ein Loch (2) von etwa 2 mm Durchmesser. Das in $^1/_2$ Grade eingeteilte Thermometer hat im Schliffteil (NS 12) eine Längsrinne (3), durch die bei steigender Temperatur die Flüssigkeit im Pyknometer je nach Stellung entweder durch das seitliche Loch

* Zu beziehen bei Fa. Stofer, Thermometerfabrik, Basel, Dorfstraße 46.

oder in die Ausbuchtung austreten kann. Das Gewicht des Pyknometers soll etwa 40 bis 45 g betragen, die Höhe nicht über 160 mm, damit es auf einer Mettlerwaage Platz hat.

Besson-Pyknometer



1 Ausbuchtung im Pyknometer-Hals (NS 12)

2 Loch

3 Längsrinne im Schliff des Thermometers

4 Quecksilberkugel (soll sich in der Mitte des Pyknometers befinden)

5 Glasreserve zum Abschleifen bei der Justierung des Pyknometers

Eichung des Pyknometers (Normaltemperatur 20° C)

Das Pyknometer wird mit Chromschwefelsäure gereinigt, gut mit destilliertem Wasser und Alkohol ausgespült und bei höchstens 50° C getrocknet. Höhere Temperaturen sind zu vermeiden, weil sich sonst das Volumen des Pyknometers verändern kann. Nach dem Erkalten wird das leere, trockene Pyknometer gewogen (Leergewicht). Zur Eichung benutzt man frisch ausgekochtes dest.Wasser. Das etwa 1 bis 2° unter die Normaltemperatur abgekühlte Wasser wird ins Pyknometer eingefüllt, das Thermometer vorsichtig eingeschoben, so daß keine Luftblasen entstehen. Das Thermometer wird nun so gedreht, daß die Längsrinne (3) mit dem seitlichen Loch (2) verbunden ist. Das Pyknometer wird abgetrocknet und die Flüssigkeit, die sich in der seitlichen Ausbuchtung des Pyknometers (1) befindet, mittels Filtrierpapiertupfern, die seitlich zu-

gespitzt sind, vollständig aufgesaugt. Die Filtrierpapiertupfer stellt man sich zweckmäßig auf Vorrat aus quadratischen Stücken (ca. 2 x 2 cm) her, die man anfeuchtet und dann in einer Ecke beginnend diagonal zusammenrollt. Nach dem Trocknen sind die Tupfer gebrauchsfertig und können mehrmals benützt werden. Um in der Flüssigkeit einen guten Temperaturausgleich zu erreichen, wird das Pyknometer am Hals gefaßt und damit schwenkende Bewegungen ausgeführt, ähnlich wie beim Titrieren im Erlenmeyerkolben. Die Temperatur steigt allmählich, die Flüssigkeit dehnt sich aus und kann durch das seitliche Loch (2) austreten. Im Moment, wo das Thermometer die Normaltemperatur anzeigt, wird das Thermometer um 180° gedreht, so daß jetzt die Rinne (3) des Thermometers mit der Ausbuchtung (1) im Pyknometerhals korrespondiert. Das Pyknometer wird nochmals mittels nichtfaserndem Baumwoll- oder Leinentuch abgetrocknet, die sich im seitlichen Loch befindliche Flüssigkeit mittels Tupfer aufgesaugt und das Pyknometer gewogen. In der Ausbuchtung wird die während der Wägung austretende Flüssigkeit gesammelt. Sie darf nach dem Drehen des Thermometers beim Abwischen des Pyknometers auf keinen Fall entfernt werden. Die Differenz zwischen dem Gewicht des mit Wasser gefüllten Pyknometers und dem Leergewicht ist der wirkliche «Wasserwert».

Bei *Dichtebestimmungen von Lösungen* verfährt man analog. Das Pyknometer ist vorher jeweils 2- bis 3mal mit der betreffenden Lösung auszuspülen. Austrocknen ist überflüssig.

Justierung des Wasserwertes eines 50-ml Pyknometers

Um auf die zeitraubende logarithmische Berechnung verzichten zu können, sollte der Wasserwert des Pyknometers genau 50,000 g betragen. Die im Handel erhältlichen Pyknometer fassen meistens etwas weniger Flüssigkeit. Unten am Thermometer befindet sich jedoch eine Glasreserve (5). Durch Abschleifen der erforderlichen Menge Glas wird das Pyknometervolumen justiert. Falls das Pyknometer etwas mehr als 50 g Wasser fassen sollte, kann vom Glasbläser unten am Thermometer ein Tröpfchen Glas angeschmolzen werden.

Nachdem der Wasserwert bestimmt ist, wägt man das abgetrocknete Thermometer und berechnet, welche Menge Glas abgeschliffen werden soll. Die Differenz zwischen dem gefundenen Wasserwert und dem theoretischen Wasserwert 50,000 g wird mit 2,2 (Dichte von Pyrexglas) multiplizert. Dieses Gewicht an Glas ist am Thermometer abzuschleifen. Pyrexglas läßt sich mühelos abschleifen, ohne zu splittern. Größere Mengen Glas (über 100 mg) werden auf einer nassen, nicht zu groben Schmirgelscheibe abgeschliffen. Feinere Korrekturen werden von Hand, durch Reiben auf einem nassen Schmirgelstein, abgeschliffen. Wenn das Thermometer den gewünschten Gewichtsverlust erreicht hat, wird das Pyknometer erneut mit Wasser geeicht.

Beispiel aus der Praxis (1)

Erste Eichung

Pyknometer + Wasser (20° C)	=	89,8019 g
Pyknometer leer, trocken	=	39,8502 g
Wasserwert	=	49,9517 g
Fehlende Wassermenge bis 50,0000	=	0,0483 g
Abzuschleifende Menge Glas: 0,0483 · 2,2	=	0,1063 g
Gewicht des Thermometers vor dem Abschleifen	=	12,6985 g
Gewicht des Thermometers nach dem Abschleifen	=	12,5998 g
Gewichtsverlust	=	0,0987 g

Zweite Eichung

Pyknometer + Wasser (20° C)	=	89,7492 g
Pyknometer leer, trocken	=	39,7515 g
Wasserwert	=	49,9977 g

Abweichungen von weniger als 5 mg vom theoretischen Wasserwert werden nicht mehr auskorrigiert, da sich erfahrungsgemäß das Volumen von Pyknometern während längerem Gebrauch etwas ändern kann und derart kleine Abweichungen sehr einfach durch eine empirische Korrektur am Leergewicht ausgeglichen werden können, wie im nächsten Abschnitt beschrieben wird.

Vereinfachte Dichteberechnungen

a) Wenn der Wasserwert des Pyknometers genau 50,0000 g beträgt

Besitzt man ein Pyknometer, dessen Wasserwert genau 50,0000 g beträgt, lassen sich die Dichteberechnungen sehr einfach ausführen. Statt durch 50 zu dividieren, multipliziert man am einfachsten das Gewicht der im Pyknometer bei Normaltemperatur enthaltenen Flüssigkeit mit 0,02. Das Resultat kann somit gleich hingeschrieben werden.

Berechnungsbeispiel (2) für ein Pyknometer mit einem Wasserwert von 50,0000 g:

Pyknometer + Alkohol-Wasser-Gemisch	=	86,1430 g
Leergewicht des Pyknometers	=	40,1020 g
Gewicht des Inhaltes	=	46,0410 g

$$\text{Dichte} = \frac{46{,}0410}{50} = 0{,}02 \cdot 46{,}0410 = \mathbf{0{,}9208_2}$$

Der Fall, daß das Pyknometer genau seinen theoretischen Wasserwert hat, wird in der Praxis selten vorkommen.

b) Wenn der wirkliche Wasserwert vom theoretischen Wasserwert abweicht

Bei Pyknometern, deren Wasserwert innert bestimmten Grenzen vom theoretischen Wert abweicht, wird die Dichte mittels einer Näherungsrechnung auf derselben Berechnungsgrundlage wie unter *a)* ermittelt. Dabei wird eine empirische Korrektur am Leergewicht des Pyknometers angebracht. Die Dichte wird dann mit diesem korrigierten Leergewicht in gleicher Weise wie unter *a)* berechnet.

Das korrigierte Leergewicht wird mit nachfolgender Formel berechnet:

$$L_k = L - (W_o - W_l) \qquad (1)$$

L_k = korrigiertes Leergewicht des Pyknometers, in g
L = wirkliches Leergewicht des Pyknometers, in g
W_o = theoretischer Wasserwert (z.B. 50,0000), in g
W_l = wirklicher Wasserwert des Pyknometers, in g

Die *vereinfachte Dichteberechnung* wird dann mit nachfolgender Formel ausgeführt:

$$d = \frac{1}{W_o} \cdot (G - L_k) \qquad (2)$$

Es bedeuten:

$\frac{1}{W_o}$ = der reziproke Wert des theoretischen Wasserwertes in einem Dezimalbruch ausgedrückt (z.B. bei 50-ml Pyknometer = 0,02)

G = Gewicht des mit der zu untersuchenden Flüssigkeit gefüllten Pyknometers, in g

Beispiel (3) für die Berechnung des korrigierten Leergewichtes:

Wirkliches Leergewicht (L)			= 39,7515 g
Theoretischer Wasserwert (W_o)	=	50,0000 g	
Wirklicher Wasserwert (W_l)	=	49,9977 g	
Differenz ($\triangle W$)	=	0,0023 g	— 0,0023 g
Korrigiertes Leergewicht des Pyknometers (L_k)			= 39,7492 g

Dieses einmal ermittelte empirisch korrigierte Leergewicht wird bei allen mittels der Nährungsrechnung auszuführenden Dichtebestimmungen benützt.

Beispiel (4) für die vereinfachte Dichteberechnung:

Pyknometer + Alkohol-Wasser-Gemisch (G)	=	89,1430 g
Korrigiertes Leergewicht des Pyknometers (L_k)	=	39,7492 g
Inhalt	=	49,3938 g
Dichte = 0,02 · 49,3938	=	**0,9878**$_8$

Anwendungsbereich der Näherungsrechnung

Diese vereinfachte Näherungsrechnung mit empirisch korrigiertem Leergewicht des Pyknometers ist nur genau, wenn der wirkliche Wasserwert nicht

zu stark vom theoretischen Wasserwert abweicht. Für jedes Pyknometer läßt sich der Dichtebereich, innerhalb welchem die Näherungsrechnung angewendet werden darf, mit nachfolgender Formel berechnen:

$$d_1, d_2 = \frac{\triangle W \pm v \cdot W_0}{\triangle W} \qquad (3)$$

Es bedeuten:

d_1 = höchste Dichte, bei welcher die Näherungsrechnung noch anwendbar ist (Glieder im Zähler werden addiert)

d_2 = niedrigste Dichte, bei welcher die Näherungsrechnung noch anwendbar ist (Glieder im Zähler werden subtrahiert)

$\triangle W$ = $W_0 - W_1$ = Differenz zwischen wirklichem und theoretischem Wasserwert

v = Genauigkeit bzw. zulässige Abweichung der zu berechnenden Dichte (z.B. ± 0,00005)

Bemerkung: Wenn $\triangle W \leqq v \cdot W_0$, so wird d_2 nicht berechnet. Die Näherungsrechnung ist dann auf alle Dichten unter 1 anwendbar.

Beispiel (5):

In welchem Dichtebereich darf die Näherungsrechnung für ein 50-ml Pyknometer benutzt werden, dessen Wasserwert 0,0085 g ($\triangle W$) vom theoretischen Wasserwert abweicht, wenn die Dichtebestimmungen auf die 4. Dezimale genau sein sollen? (Fehler max. ± 0,00005 = v)

$$d_1, d_2 = \frac{0{,}0085 \pm 0{,}00005 \cdot 50}{0{,}0085}$$

d_1 = höchste Dichte, die mittels der Näherungsrechnung berechnet werden darf = 1,294

d_2 = niedrigste Dichte, die mittels der Näherungsrechnung berechnet werden darf = 0,706

Mit diesem Pyknometer mit einer Abweichung von 8,5 mg vom theoretischen Wasserwert kann somit bei allen Flüssigkeiten mit einer Dichte zwischen 0,706 und 1,294 die rasche Näherungsrechnung angewendet werden. Bei allen Alkohol-, Dichte- und Extraktbestimmungen von Getränken kann mit diesem Pyknometer somit die vereinfachte Rechnung benützt werden. Je kleiner die Abweichung des Wasserwertes vom theoretischen Wert ist, umso größer ist der Dichtebereich, innerhalb welchem die Näherungsrechnung anwendbar ist.

Für das Pyknometer im Beispiel (3) (Abweichung vom theoretischen Wasserwert 0,0023 g) gibt die Rechnung, daß dieses Pyknometer im Dichtebereich von 0 bis 2,08 mit einer Genauigkeit auf die 4. Dezimale brauchbar ist.

Pyknometer mit anderem Inhalt als 50 ml

Für Pyknometer mit 10, 20, 25 oder 100 ml Inhalt verfährt man analog wie beim 50-ml Pyknometer angegeben. Die allgemeinen Formeln (1), (2) und (3) sind auch hier unbeschränkt gültig. Für die vereinfachte Dichteberechnung nach

Formel (2) mit den Faktoren ($\frac{1}{Wo}$ als Dezimalbruch) gelten nachstehende Formeln:

für	10-ml	Pyknometer	d	=	0,1 $(G - L_k)$
»	20-ml	»	d	=	0,05 $(G - L_k)$
»	25-ml	»	d	=	0,04 $(G - L_k)$
»	50-ml	»	d	=	0,02 $(G - L_k)$
»	100-ml	»	d	=	0,01 $(G - L_k)$

Die Resultate können somit ohne Rechenhilfsmittel sofort aufgeschrieben werden.

Zusammenfassung

Es wird über die guten Erfahrungen mit dem *Besson*-Pyknometer berichtet. Das Pyknometer sowie seine Handhabung werden nochmals beschrieben und die vereinfachte Berechnung mittels einer Näherungsrechnung erläutert.

Résumé

Le pycnomètre de *Besson* est décrit à nouveau et on attire l'attention sur les bonnes expériences qu'on a faites avec lui. On décrit sa manipulation et le mode simplifié de calcul de la densité par approximation.

Summary

Description of Besson's pycnometer and of its use and advantages.
Calculation of the density is given.

Literatur

[1] *Besson A.*, Chemiker-Ztg. **34**, 824 (1910), ebenda S. 932.
[2] *Besson A.*, Diese Mitt. **4**, 220 (1913).