Beiträge zur Tabakforschung · Heft 1 · Januar 1961
DOI: 10.2478/cttr-2013-0004

Feuchtigkeitsbestimmung im Tabak

*von M. von Bethmann, G. Lipp und H. van Nooy**

Wissenschaftliches Laboratorium der BRINKMANN G. m. b. H., Bremen

1. VORBEMERKUNGEN

Während der Tabakverarbeitung ist es vor allem der Feuchtigkeitsgehalt des Tabaks, der — den Erfordernissen der einzelnen Verarbeitungsvorgänge angepaßt — durch Anfeuchten und Trocknen ständigen Veränderungen unterzogen wird. Auch bei allen Ausbeuteberechnungen muß die unterschiedliche Feuchtigkeit berücksichtigt werden, ebenso wie bei der chemischen Analyse, da üblicherweise die gefundenen Werte auf Trockensubstanz bezogen werden.
Trotz dieser fundamentalen Bedeutung der Feuchtigkeitsbestimmung ist man sich heute weder darüber im klaren, was als Tabakfeuchtigkeit anzusprechen ist, noch haben sich einheitliche Methoden zur Feuchtigkeitsbestimmung durchgesetzt.
Die verschiedenen Länder und Firmen verwenden eigene Methoden zur Feuchtigkeitsbestimmung, die sich nicht nur prinzipiell unterscheiden, sondern bei denen auch durch Wahl verschiedener Temperaturen und Zeiten unterschiedliche Ergebnisse resultieren.
Angesichts des komplizierten Systems, das der Tabak darstellt, mit seinen vielfältigen Bindungsmöglichkeiten für Wasser, wird es wohl nie möglich sein, völlig klar zwischen Feuchtigkeit und Konstitutionswasser zu entscheiden. Was als Feuchtigkeit anzusprechen ist, wird daher stets eine Frage der Konvention bleiben.
Um so wichtiger ist es daher, daß sich eine einheitliche Methode für die Feuchtigkeitsbestimmungen durchsetzt.

2. VORAUSSETZUNGEN FÜR EINE BEZUGSMETHODE

Alle Feuchtigkeitsunterschiede müssen quantitativ richtig gefunden werden.
Eine Abspaltung von Konstitutionswasser darf nicht oder nur in vernachlässigbar geringem Maße auftreten.
Die verwendete Apparatur muß einfach und darf nicht an eine spezielle Lieferfirma gebunden sein.
Die Betriebsbedingungen sollen möglichst wenig Variationen zulassen, so daß alle beinflussenden Faktoren einfach zu definieren und zu reproduzieren sind.

* Vortrag anläßlich des CORESTA-Symposions in Istanbul, August 1960, ergänzt Oktober 1960

Die Reproduzierbarkeit der Ergebnisse muß befriedigend sein und soll innerhalb der Grenzen von ± 0,1 % absoluter Feuchte liegen.

3. ZUR VERFÜGUNG STEHENDE METHODEN

3. 1. *Trockenschrankmethoden*

3. 1. 1. Trockenschränke ohne Luftumwälzung Diese Methode kommt aus verschiedenen Gründen nicht in Frage. Zunächst einmal findet man bei erträglichen Trocknungszeiten von mehreren Stunden und Temperaturen um 100° mit zunehmender Tabakfeuchtigkeit scheinbar zu geringe Feuchtigkeitswerte, da der Feuchtigkeitsabtransport zu langsam erfolgt.
Ferner ergeben sich erhebliche Streuungen, je nachdem ob man die Proben im Trockenschrank oben oder unten, vorn oder hinten, rechts oder links aufstellt, d. h. bedingt durch die thermischen Strömungsverhältnisse sind die sich einstellenden Bedingungen nicht gleichmäßig.

3. 1. 2. Trockenschränke mit Luftumwälzung Diese ergeben an sich gut reproduzierbare Ergebnisse, jedoch selbstverständlich untereinander auch wieder nur für Trockenschränke des gleichen Fabrikates. Nachteilig sind die zusätzlichen Beeinflussungsmöglichkeiten bedingt durch unterschiedliche Stromverhältnisse in verschiedenen Ländern sowie durch Stromschwankungen. Es ist daher fraglich, ob von Untersuchungsort zu Untersuchungsort die Verhältnisse der Luftumwälzung völlig konstant gehalten werden können. Außerdem ist dieser Faktor einer Kontrollmessung und einer Einstellung auf einen bestimmten Wert sehr schwer zugänglich. Hinzu kommt, daß auch anzunehmen ist, daß beim gleichen Gerät im Verlauf der Alterung die Verhältnisse nicht konstant bleiben.
Bei allen Trockenschränken hängt die effektive Trocknungstemperatur von der Exaktheit der Temperaturanzeige, sowie der Arbeitsweise der Temperaturregelung ab.
Ferner ist bei allen Trockenschränken auch die Temperatur und die relative Feuchtigkeit der verwendeten Trockenluft nicht ohne Einfluß auf das Endergebnis. Das Arbeiten mit vorgetrockneter Luft würde einen zusätzlichen, erheblichen apparativen Aufwand bedingen.

3. 1. 3. Exsikkator Grundsätzlich stellt die Feuchtigkeitsbestimmung im Exsikkator eine Variation des Trockenschrankes dar, die sich aber für den praktischen Gebrauch wegen des übergroßen Zeitaufwandes verbietet.

3. 2. *Destillationsmethoden*

Die Destillationsmethoden haben ganz allgemein entscheidende Vorteile:
Die Apparaturen sind einfach, billig und daher überall ohne weiteres zu erstellen.
Das Verhältnis Lösungsmittel : Tabak ist einfach zu definieren.
Die Betriebstemperatur ergibt sich — von der Temperaturmessung unabhängig — durch das verwendete Destillationsmittel.
Die aufgewendete Heizleistung läßt sich in einfacher Weise durch Definition der Destillationsgeschwindigkeit festlegen.
Die verwendeten Lösungsmittel dürfen in der Kälte Wasser selbstverständlich nur in zu vernachlässigender Menge lösen. Ihre eigene Löslichkeit in Wasser muß gleichfalls sehr gering sein. Praktisch kommen daher entweder Kohlenwasserstoffe, wie Benzol, Toluol oder Xylol in Frage, also Lösungsmittel, die leichter sind als Wasser. Bei Verwendung dieser Lösungsmittel ergibt sich der Vorteil des einfacheren apparativen Aufbaues. Ihr Nachteil ist ihre Brennbarkeit.
Lösungsmittel die schwerer sind als Wasser, also die chlorierten Kohlenwasserstoffe, bedingen eine kompliziertere Apparatur, wodurch die Reproduzierbarkeit schlechter ist. Außerdem sind die gegenseitigen Löslichkeiten merklich höher. Sie haben aber den Vorteil der Unbrennbarkeit.

3. 3. *Karl-Fischer-Titration*

Diese prinzipiell vorzuziehende Methode, die nur die effektiv als Wasser vorhandene Feuchtigkeit erfaßt, hat für die praktische Anwendbarkeit bei Tabak erhebliche Nachteile. Ungünstig ist vor allem, daß nur sehr kleine Tabakeinwaagen gemacht werden können. Da nun bekannt ist,

daß Feuchtigkeitsunterschiede in einer gleichartigen Tabakmischung sehr erheblich sein können, sind die mit dieser Methode erzielten Ergebnisse, sofern man nicht eine Vielzahl von Untersuchungen durchführt, für den zu untersuchenden Tabak nicht repräsentativ. Hinzu kommt, daß die Methode recht aufwendig ist und ein besonders geübtes und erfahrenes Personal voraussetzt.

3. 4. Elektrische Methoden

Die elektrischen Feuchtigkeitsmeßgeräte bestimmen in Abhängigkeit von der unterschiedlichen Feuchtigkeit entweder die Dielektrizitätskonstante oder die Leitfähigkeit. Im Hinblick auf eine Definition der Feuchtigkeit haben sie allerdings keine Bedeutung, da alle elektrischen Geräte grundsätzlich nach einem der vorerwähnten Verfahren geeicht werden müssen. Ihr großer Vorteil beruht auf der Schnelligkeit der Messung. Bei den Leitfähigkeitsmessungen genügt zudem das Messen unter einem definierten Meßdruck, so daß selbst das Abwiegen der Probe entfallen kann.
Komplizierend kommt bei diesen Methoden allerdings hinzu, daß die Temperaturabhängigkeit der Messung berücksichtigt werden muß, und daß ferner die Geräte für jede unterschiedliche Tabakmischung und Schnittbreite gesondert geeicht werden müssen.

3. 5. Zusammenfassung

In der Praxis sind es vor allem die Trockenschrankmethoden, die außer den elektrischen Feuchtigkeitsmeßgeräten zur betrieblichen Feuchtigkeitskontrolle eingesetzt werden, da die verwendeten Tabakmengen — meist 10 g — relativ gering sind und das Trocknungsgut der Fabrikation wieder zugeführt werden kann. Die Destillationsmethode ist hierfür weniger geeignet, da die Tabakmengen größer sind (20—50 g) und der verwendete Tabak nicht mehr der Fabrikation zugeführt werden kann. Die Destillationsmethode ist daher vornehmlich als Eichmethode für die Eichung elektrischer Feuchtigkeitsmeßgeräte einzusetzen.
Unabhängig von der verwendeten Methode wird der Feuchtigkeitsgehalt in fast allen Fällen auf den feuchten Tabak bezogen.

4. NEUERE ERKENNTNISSE ÜBER DIE DESTILLATIONSMETHODE

Es ist das besondere Verdienst der Firma Quester, auf den Tabak-Kolloquien 1959 in Köln und 1960 in Neuchâtel einen internationalen Gedankenaustausch mit dem Ziel der Einführung einer allgemein anerkannten Feuchtigkeitsbestimmungsmethode in Gang gebracht zu haben.
Da sich die Beteiligten aus den vorerwähnten Gründen darüber im klaren waren, daß hierfür nur eine Destillationsmethode in Frage kommt, haben wir uns mit dieser Methode näher befaßt und versucht, durch entsprechende Versuche die Zusammenhänge, insbesondere die Einflüsse der verschiedenen Lösungsmittel, näher kennenzulernen.

TABELLE 1

Bestimmung von zugesetztem bzw. abgetrocknetem Wasser durch Destillation mit Benzol, Toluol und Xylol

Durchschnittswerte (in % H_2O) von je 2 Bestimmungen mit je 40 g Schnittabak (stark sossierter Feinschnitt mit 50 % Inland) und 250 ml wasserfreiem Lösungsmittel in 500 ml Kolben unter Verwendung der aufsteigenden Apparatur nach DIN 53 656 und bei 90 min Destillationszeit

Probe	Benzol			Toluol			Xylol			Differenzen zwischen den Lösungsmitteln		
	Soll	Gef.	Diff.	Soll	Gef.	Diff.	Soll	Gef.	Diff.	Toluol-Benzol	Xylol-Benzol	Xylol-Toluol
1	8,10	8,20	+ 0,10	9,85	9,90	+ 0,05	13,50	13,75	+ 0,25	1,70	5,55	3,85
2	10,40	10,60	+ 0,20	12,15	12,15	± 0,00	15,70	15,85	+ 0,15	1,55	5,25	3,70
3	12,30	12,30	—	14,00	14,00	—	17,50	17,50	—	1,70	5,20	3,50
4	13,80	13,90	+ 0,10	15,45	15,70	+ 0,25	18,90	19,00	+ 0,10	1,80	5,10	3,30
5	15,75	15,85	+ 0,10	17,40	17,60	+ 0,20	20,75	20,55	— 0,20	1,75	4,70	2,95
∅			+ 0,12			+ 0,12			+ 0,08	1,70	5,15	3,45

4. 1. 1. Bestimmung von Feuchtigkeitsunterschieden Wir untersuchten die Destillationsmittel Benzol, Toluol und Xylol. Ausgehend von einem Tabak mittlerer Feuchtigkeit wurden durch unterschiedliches Abtrocknen, bzw. Anfeuchten vier weitere Feuchtigkeiten eingestellt, wobei die Feuchtigkeitsveränderungen gleichzeitg gewichtsmäßig kontrolliert wurden. Die Feuchtigkeitsunterschiede konnten unabhängig vom Destillationsmittel in allen Fällen gefunden werden. Im Durchschnitt wurden die Feuchtigkeiten, verglichen mit der gewichtsmäßigen Kontrolle, jedoch um ca. 0,1 % zu hoch gefunden, und zwar sowohl bei den abgetrockneten als auch bei den angefeuchteten Proben (mit einer Ausnahme). Die Ursache dieser Differenz konnte nicht aufgeklärt werden.

4. 1. 2. Zeitlicher Verlauf Sowohl die Xylol- als auch die Benzol-Kurve verliefen anfangs in ihrem Anstieg etwas flacher als die Toluol-Kurve. Bei Destillationszeiten unter 90 min stellten sich keine konstanten Endwerte ein.
Zwischen einer Destillationszeit von 30 bis 90 min stiegen die Kurven — ausgedrückt in Prozent Tabakfeuchtigkeit — etwa um folgende Werte an:

bei Benzol um 0,7 %
bei Toluol um 0,8 %
bei Xylol um 1,3 %

TABELLE 2

Tabaksorte	% Feuchtigkeitszunahme		
	Benzol	Toluol	Xylol
Burleymischung	0,75	0,70	0,80
Rhodesiamischung	0,80	0,45	1,20
Orientmischung	0,90	0,75	1,25
Mischung mit 50 % Inland	0,55	0,85	1,60
	0,60	0,95	1,70
	0,65	0,95	1,40
	0,50	1,05	1,45
	0,60	0,90	1,30
Durchschnitt	0,7	0,8	1,3

Anstieg der Feuchtigkeitskurve während der Destillationszeit von 30–90 min.

Destillationsbedingungen vgl. Tabelle 1

4. 1. 3. Abhängigkeit vom Destillationsmittel Betrachtet man die Differenz zweier Feuchtigkeitswerte, die am gleichen Tabak, jedoch mit verschiedenen Lösungsmitteln erhalten wurden (z. B. Xylol — Benzol), so zeigt sich, daß die Größe dieser Differenz sortenabhängig ist (Näheres s. 4. 2. und 4. 3.), jedoch für eine gegebene Tabaksorte, bzw. -mischung nur wenig vom Feuchtigkeitsgehalt beeinflußt wird. Die Differenz nimmt mit zunehmender Feuchtigkeit ab, vermutlich dadurch, daß diese Differenzen ein Ausdruck für die chemische Wasserabspaltung sind und mit höheren Feuchtigkeitsgehalten die Tabaktrockensubstanzmenge geringer wird. Selbstverständlich steigen die Differenzen mit zunehmender Destillationszeit, bedingt durch die unterschiedliche Steilheit der Destillationskurven.

4. 2. Versuche mit unterschiedlichen Tabaksorten

4. 2. 1. Vorversuch ohne gemeinsame Klimatisierung Der Versuch erstreckte sich auf je eine Mischung aus Burley-, Rhodesia- und Orient-Sorten. Die Tabake wurden vor dem Versuch klimatisiert, jedoch nicht unter völlig gleichen Bedingungen.
Bei dieser Untersuchung zeigte sich, daß die Feuchtigkeitsunterschiede zwischen den verschiedenen Destillationsmitteln bei gleichen Destillationszeiten sehr stark sortenabhängig sind und, wie es auch durch weitere Untersuchungen bestätigt wurde, in erheblichem Maße vom Zuckergehalt der Tabake abhängig sind.

TABELLE 3

Einheitliche Tabakmischungen unterschiedlicher Provenienz (Feinschnitt) destilliert mit Benzol, Toluol und Xylol

Keine gemeinsame Klimatisierung
Destillationsbedingungen vgl. Tab. 1

	% Zuckergehalt	% Feuchtigkeit			Differenzen der Feuchtigkeitswerte		
		Benzol	Toluol	Xylol	Toluol-Benzol	Xylol-Benzol	Xylol-Toluol
Burleymischung	0,4	12,55	13,30	14,20	0,75	1,65	0,90
Rhodesiamischung	17,8	13,10	14,35	16,30	1,25	3,20	1,95
Orientmischung	13,0	13,45	14,70	18,00	1,25	4,55	3,30

4. 2. 2. *Versuch nach gemeinsamer Klimatisierung* Zur Untersuchung gelangten je eine Mischung aus Burley-, Orient- und Virginy-Sorten, sowie 50 % Inlandtabak enthaltende Mischungen, die (außer mit Butylenglykol) nicht, bzw. stark gesoßt worden waren.
Die Tabake wurden in einer Klimakammer bei 25° und 60 % relativer Luftfeuchtigkeit über gesättigter Ammonnitratlösung unter Luftumwälzung klimatisiert.
Die Feuchtigkeitsbestimmung durch Destillation mit Benzol und Xylol zeigte folgendes:
Die sich für die verschiedenen Tabake einstellenden Feuchtigkeiten waren deutlich abhängig von dem gefundenen Zuckergehalt.
Die Feuchtigkeiten lagen bei Benzol deutlich enger zusammen als bei Xylol. Bei Benzol betrug der Unterschied zwischen dem feuchtesten und trockensten Tabak nur 1,9 % gegenüber 3,5 % bei Xylol.

TABELLE 4

Tabakmischungen unterschiedlicher Provenienz (Feinschnitt), Destillation mit Benzol und Xylol

Gemeinsame Klimatisierung über Ammonnitrat (25° C)
Destillationsbedingungen vgl. Tab. 1
Destillationsdauer jedoch nur 40 min. für Benzol, bzw. 30 min für Xylol

Tabaksorte	% Zucker	% Feuchtigkeit		Differenz
		Benzol 40 min	Xylol 30 min	Xylol-Benzol
Burleymischung	0,4	10,2	12,6	2,4
Orientmischung	11,5	10,7	13,4	2,7
50 % Inland, nur mit Butylenglykol gesoßt	6,8	11,0	13,6	2,6
Virginiamischung	18,7	11,5	15,0	3,5
50 % Inland, stark gesoßt	23,5	12,1	16,1	4,0
Differenz zwischen trockenstem u. feuchtestem Tabak		1,9	3,5	

Auch die Unterschiede der Benzol- und Xylol-Feuchtigkeit waren wiederum deutlich abhängig vom Zuckergehalt. Außer dem Zuckergehalt müssen aber auch noch andere Stoffe auf diesen Effekt von Einfluß sein, denn selbst bei Burley, der nur einen Zuckergehalt von 0,4 % besaß, betrug der Unterschied zwischen der Benzol- und der Xylol-Feuchtigkeit noch 2,4 % H_2O.

4. 3. *Versuche mit extrahierten Tabaken*

Um die obengenannten Zusammenhänge näher zu ergründen, wurde eine Cigarettentabakmischung nacheinander mit verschiedenen Lösungsmitteln extrahiert, und zwar mit Trichloräthylen, anschließend mit Methanol und schließlich mit Wasser*. Untersucht wurden alle vier sich hierbei ergebenden Tabake, also der unbehandelte, der nur mit Trichloräthylen extrahierte, der nacheinander mit Trichloräthylen und Methanol extrahierte, sowie der mit Trichloräthylen, Methanol und Wasser extrahierte. Vor der Untersuchung wurden alle Tabake durch längeres Auslegen (ca. eine Woche) sowohl im Labor als auch im Schnittlager klimatisiert.

* Wir danken Herrn Dr. F. SEEHOFER für die Durchführung der Extraktionen im Laboratorium der BAT

TABELLE 5a

Extrahierte Cigarettentabakmischung. Destillation mit Benzol und Xylol

Destillationsbedingungen vgl. Tab. 1
Destillationsdauer jedoch nur 40 min. für Benzol, bzw. 30 min für Xylol

Tabak extrahiert mit:			% Zucker	trocken klimatisiert			feucht klimatisiert		
				% Feuchtigkeit		Differenz	% Feuchtigkeit		Differenz
Trichlor-äthylen	Methanol	Wasser		Benzol 40 min	Xylol 30 min	Xylol-Benzol	Benzol 40 min	Xylol 30 min	Xylol Benzol
—	—	—	16,9	12,4	15,7	3,3	16,3	19,2	2,9
+	—	—	16,4	13,7	17,0	3,3	17,7	20,8	3,1
+	+	—	2,7	10,2	12,3	2,1	13,1	15,2	2,1
+	+	+	0,1	12,9	14,9	2,0	16,5	18,4	1,9

4. 3. 1. Lage des Feuchtigkeitsgleichgewichtes Unabhängig vom Klimatisierungsort stieg die Gleichgewichtsfeuchtigkeit nach der Extraktion mit Trichloräthylen an, was durchaus verständlich ist, da die lipophilen Stoffe verständlichermaßen die Feuchtigkeitsaufnahme behindern.
Die Feuchtigkeiten fielen sehr stark nach der Extraktion mit Methanol, da hierbei — bedingt auch durch die im Tabak vorhandene Feuchtigkeit — die Zuckerstoffe überwiegend extrahiert werden.
Nach der anschließenden Wasserextraktion stieg die Hygroskopizität wieder sehr stark an. Hierbei wurden nur noch geringe Restzuckermengen entfernt. Das Ansteigen der Hygroskopizität ist unverständlich, da nach der Wasserextraktion praktisch nur die Gerüstsubstanzen und andere unlösliche Stoffe zurückgeblieben sind. Offensichtlich hängt die Hygroskopizität nicht nur mit der stofflichen Zusammensetzung, sondern auch mit dem physikalisch-chemischen Zustand zusammen.

4. 3. 2. Abhängigkeit vom Destillationsmittel Auch bei dieser Versuchsreihe zeigten die Differenzen zwischen den mit Benzol und mit Xylol bestimmten Feuchtigkeitswerten, die man — wie bereits gesagt — als ein Maß für die Abspaltung von chemisch gebundenem Wasser betrachten kann, etwa die gleiche Abhängigkeit vom Zuckergehalt wie bei den Versuchen, über die wir vorher berichtet hatten. Der Kurvenverlauf ist in beiden Fällen sehr ähnlich und auch bei den extrahierten Tabaken hat die Differenz Xylol—Benzol einen Wert in der Größenordnung von 2 % H_2O, wenn der Zuckergehalt auf Null absinkt.
Um festzustellen, welche der vier Fraktionen (in Trichloräthylen, in Methanol und in Wasser lösliche Stoffe, sowie unlöslicher Rückstand) hauptsächlich an der chemischen Wasserabspaltung beteiligt ist, haben wir „spezifische Differenzen" für die einzelnen Fraktionen errechnet (vgl. Tab. 5b). Darunter ist die Xylol-Benzol-Differenz zu verstehen, die man erhielte, wenn die betreffende Fraktion bei der Destillation allein vorliegen würde. Direkt bestimmbar ist die spezifische Differenz nur für die unlösliche Fraktion (2,0 bzw. 1,9 %). Ausgehend von diesen Zahlen wurden die spezifischen Differenzen der drei anderen Fraktionen mit Hilfe der Fraktionsanteile berechnet. Die hierbei erhaltenen Werte sind natürlich nur Näherungswerte, da angesichts der wenigen durchgeführten Versuche die Feuchtigkeitsunterschiede nicht sehr exakt sind. Immerhin ergibt sich hierbei folgendes:

TABELLE 5b

Extrahierte Cigarettentabakmischung
Destillation mit Benzol und Xylol

Destillationsbedingungen vgl. Tab. 1
Destillationsdauer jedoch nur 40 min.
für Benzol, bzw. 30 min für Xylol

Lösungsmittel	Gelöster Anteil %	Spezifische Differenz Xylol – Benzol		
		trocken klimatisiert	feucht klimatisiert	Ø
Trichloräthylen	10,8	3,25	1,30	2,30
Methanol	30,2	5,65	5,05	5,35
Wasser	23,8	2,25	2,40	2,30
Rückstand	35,2	2,00	1,90	1,95

Deutlich erhöht ist die spezifische Differenz bei der Gruppe der Methanol-löslichen Stoffe. Sie liegt hier annähernd doppelt so hoch wie für den unbehandelten Gesamttabak. Die spezifischen Differenzen für die lipophilen und wasserlöslichen Stoffe liegen annähernd gleich, und zwar etwas unter dem Durchschnitt. Erwartungsgemäß am niedrigsten ist der Wert für den vollextrahierten Tabak, also für die Gerüst- und andere unlösliche Stoffe.

4. 4. Untersuchung des Destillationswassers

Das bei der Destillation anfallende Wasser wurde auf den Gehalt an Verunreinigungen geprüft. Es sollte untersucht werden, ob gegebenenfalls solche Stoffe das Volumen des abgeschiedenen Wassers beeinflussen können. Unter Umständen ermöglichen die Verunreinigungen auch, auf Reaktionen im Tabak während der Destillation zu schließen. Dies ist besonders im Hinblick auf die Möglichkeit der Abspaltung von chemisch gebundenem Wasser interessant.

4. 4. 1. Brechungsindex Wir fanden nach der Destillation mit Xylol und mit Benzol für das Wasser den Brechungsindex 1,3330, der den Tabellenwerten für reines Wasser entspricht. Dies steht in Übereinstimmung mit Ergebnissen von *Hübschen.*[1]
Lediglich bei Tabaken, die Butylenglykol enthalten, war der Brechungsindex nach der Destillation mit Xylol geringfügig erhöht. Aus dieser Erhöhung folgte ein Butylenglykolgehalt des Destillationswassers von 1 %, d. h. bei solchen Tabaken wurde der Feuchtigkeitswert um etwa 0,15 % H_2O zu hoch gefunden. Dagegen ergab sich nach Destillation mit Benzol auch bei Tabaken mit Butylenglykol keine Erhöhung des Brechungsindex. Danach kann für die Destillation mit Benzol das Vorliegen größerer Mengen organischer Verunreinigungen, die Einfluß auf das Wasservolumen hätten, ausgeschlossen werden.

4. 4. 2. Säuregehalt Bei Blendtabaken zeigte das Destillat nach Destillation mit Benzol den pH-Wert 4,2. Die Titration mit 0,1 n NaOH ergab einen Verbrauch von etwa 0,35 ml pro ml Destillat (Feuchtigkeit des Tabaks 12 % nach Benzol), d. h. der Säuregehalt, berechnet als Essigsäure, lag bei etwa 2 mg/ml Destillat. Für diesen Säuregehalt sind zwei Quellen möglich: Wasserdampfdestillation der im Tabak bereits vorhandenen Säuren und Bildung von Säuren durch chemische Reaktionen auch bereits bei der niedrigen Siedetemperatur des Benzols. In jedem Falle aber hat der Säuregehalt keinen Einfluß auf das Wasservolumen. Dies steht in Übereinstimmung mit Befunden von *Kuhn* an sauren bzw. alkalischen Tabaken[2].

5. SCHLUSSFOLGERUNGEN UND VORSCHLÄGE FÜR EINE STANDARDMETHODE

5. 1. Wahl des Lösungsmittels

Unsere Versuche zeigen in Übereinstimmung mit anderen Untersuchungen[2, 3], daß bei der Verwendung von Xylol zu hohe Werte für die Tabakfeuchtigkeit gefunden werden. Infolge der hohen Siedetemperatur des Xylols von 139° C laufen während der Destillation bereits in größerem Ausmaße chemische Reaktionen ab, die u. a. die Abspaltung von Konstitutionswasser verursachen. Der Umfang dieser Abspaltung ist eine Funktion des Gehaltes an bestimmten Gruppen von Inhaltsstoffen. Während *Kuhn*[2] bei reiner, im Exsikkator getrockneter Glucose mit Xylol eine erhebliche Wasserabspaltung erhielt, kann diese für Zellulose nach unseren Versuchen (vgl. 5. 3.) ausgeschlossen werden. Außerdem besteht bei Xylol die Gefahr, daß Glykole abdestillieren und das Wasservolumen beeinflussen.
Bei der Verwendung von Toluol — Siedepunkt 111° C — als Destillationsmittel treten die genannten Erscheinungen zwar deutlich vermindert, aber immer noch merklich auf.
So bleibt von den aromatischen Kohlenwasserstoffen lediglich Benzol. Für Benzol spricht u. a., daß die damit erhaltenen Feuchtigkeitswerte befriedigend mit den Ergebnissen der Karl-Fischer-Titration übereinstimmen[2]. Zum Tabak zugesetztes Wasser wird in jedem Falle mit Benzol quantitativ richtig gefunden, das gleiche muß dann ganz allgemein für locker gebundenes Wasser gelten. Gegenüber Xylol und Toluol können jedenfalls für Benzol nur Vorteile geltend gemacht werden.

Offen bleiben muß vorerst allerdings die Frage, ob vielleicht auch schon bei der Verwendung von Benzol in geringem Ausmaße chemisch gebundenes Wasser freigesetzt wird.
Eine weitere Herabsetzung des Siedepunktes unter 80° C erscheint auf zwei Wegen möglich: durch Verwendung niedrigsiedender aliphatischer Kohlenwasserstoffe oder Chlorkohlenwasserstoffe. Die Destillation mit Pentan (Siedepunkt 36° C) scheitert an den überaus langen Destillationszeiten, die sich aus der ungünstigen azeotropen Zusammensetzung ergeben und prakisch keinen Endpunkt für den Wasserübergang erkennen lassen. Ähnlich dürften die Verhältnisse bei anderen Aliphaten liegen. Dagegen erwies sich Methylenchlorid (Siedepunkt 42° C) als nicht brauchbar, weil die gegenseitige Löslichkeit der beiden Phasen zu hoch ist. Überhaupt sind die Apparaturen für Chlorkohlenwasserstoffe schwieriger zu handhaben und die Reproduzierbarkeit der Ergebnisse ist schlechter als bei den Aromaten.
Nach den bisherigen Kenntnissen muß somit Benzol als das geeignetste Destillationsmittel für die Bestimmung der Tabakfeuchtigkeit angesehen werden.

5. 2. Wahl der Arbeitsbedingungen

Da im Tabak immer mit kleineren Unregelmäßigkeiten des Feuchtigkeitsgehaltes gerechnet werden muß, sollte die Tabakmenge möglichst groß gewählt werden, um die Streuung der Einzelwerte zu vermindern. Wir schlagen eine Einwaage von 50 g Tabak für jede Einzelbestimmung vor. Man erhält in diesem Falle auch hinreichend große Wasservolumina von über 5 ml. Der Feuchtigkeitsgehalt in % ergibt sich dann einfach durch Multiplikation des Wasservolumens mit 2. Die Feuchtigkeit kann außer in Schnittabak ohne weiteres auch in Tabakstaub bestimmt werden. Wegen der besseren Homogenität genügt hier eine Einwaage von 25 g, die man am besten nach dem Benzol in den Kolben gibt.

TABELLE 6

Einfluß von Kolbengröße und Benzolmenge

Einwaage je 50 g Schnittabak (Blend) nach dreitägiger Lagerung. Destillationsdauer 120 min. (Werte praktisch unverändert ab 90 min) Apparatur: aufsteigender Kühler, elektrische Heizhaube

	Kolben	Benzol	Feuchtigkeit % H_2O			
	ml	ml	1	2	3	Ø
A	500	250	12,70	12,65	12,60	12,65
B	1000	250	12,80	12,75	12,70	12,75
C	1000	500	12,70	12,65	12,60	12,65

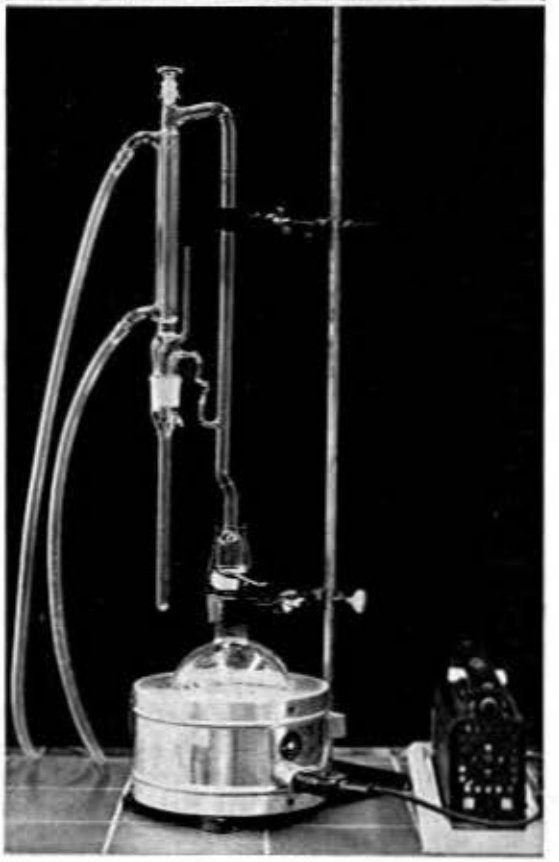
Benzolmenge und Kolbengröße sind durch die Tabakeinwaage vorgegeben. Für 50 g Schnittabak sind 350 ml Benzol in 1000 ml-Rundkolben erforderlich. Wie Tabelle 6 zeigt, sind Kolbengröße und Benzolmenge innerhalb relativ weiter Grenzen ohne Einfluß auf das Destillationsergebnis. Nach 30 min erhielten wir Übereinstimmung zwischen den drei Versuchsgruppen auf ± 0,1 % H_2O, nach 90 min waren die angegebenen Endwerte erreicht. Das Benzol ist durch Destillation wasserfrei zu machen. Gebrauchtes Benzol kann selbstverständlich nach Reinigung durch Destillation wiederverwendet werden.
Die Beheizung der Kolben erfolgt am besten durch elektrische Heizhauben von 200 bis 300 W Leistung, doch ist auch Gasbeheizung auf Drahtnetzen ohne weiteres möglich. Wir fanden hierbei keine Abweichung der Werte gegenüber der elektrischen Heizung. Die Heizleistung ist so einzuregulieren, daß sich eine Destillationsgeschwindigkeit von 10 bis 20 ml/min einstellt.
Für die Destillationsdauer schlagen wir 90 min vor, da die nach Ablauf dieser Zeit noch übergehende Wassermenge weniger als 0,1 % H_2O entspricht. Das Kühlwasser wird einige Minuten vor Beendigung der Destillation abgestellt, um den gesamten Kühler mit Benzol durchzuspülen.

5. 3. Wahl der Apparatur

Für die Ausführung der Destillationsapparatur sind eine ganze Reihe von Anordnungen vorgeschlagen und teilweise auch erprobt worden. Im wesentlichen lassen sich alle diese Apparaturen zwei Gruppen zuordnen, je nachdem, ob das Destillat von unten in den Kühler eintritt (aufsteigende Kühler) oder aber von oben (absteigende Kühler). Die absteigenden Kühler sind vorgeschlagen worden, um ein besseres Spülen der Kühlerrohre zu erreichen. Es wurde erwartet, daß sich damit Genauigkeit und Reproduzierbarkeit der Ergebnisse verbessern würden.

Wir haben nun eine Reihe von Vergleichsuntersuchungen mit der von uns üblicherweise benutzten einfachen aufsteigenden Apparatur nach DIN 53 656 (obere Abb.) und mit einer absteigenden Apparatur* (untere Abb.), die wir für die beste der bisher entwickelten ansehen, durchgeführt. Die Heizung erfolgte bei beiden Apparaturen mit der gleichen elektrischen Heizhaube. Bei Tabakeinwaagen (vgl. Tabelle 7) fanden wir mit der absteigenden Apparatur in jedem Falle 0,10 bis 0,25 ml Wasser weniger als mit der aufsteigenden Anordnung. Zu gleichen Ergebnissen gelangte *Müller*[3]. Die Reproduzierbarkeit war bei der absteigenden Apparatur schlechter.

Da bei Tabak der absolut richtige Feuchtigkeitsgehalt unbekannt ist, eignen sich zur Überprüfung der Genauigkeit nur Wasserwaagen. Tabelle 8 zeigt die Ergebnisse einiger solcher Versuche, aus denen die Überlegenheit der aufsteigenden Apparatur klar hervorgeht. Während das Wasser mit Xylol schnell übergetrieben wird, benötigt man bei Benzol erheblich längere Destillationszeiten, da die Wassertropfen auf dem Boden des Kolbens liegenbleiben und die Durchmischung mit dem Lösungsmittel sehr schlecht ist. Verwendet man dagegen Wasser auf Filtrierpapierstreifen als „Modelltabak", so erfolgt der Übergang des Wassers auch mit Benzol wesentlich schneller. Bei der aufsteigenden Apparatur vermindert sich die Destillationszeit von 140 bis 300 min auf 60 min und erreicht damit die für Tabak notwendige Größenordnung. Bei diesen Versuchen haben wir zunächst Destillationen mit 5 bzw. 10 g Filtrierpapier im Kolben, jedoch ohne Wasserzusatz durchgeführt. Die hierbei erhaltenen Papierblindwerte betrugen für 5 g Papier 0,35 ml bei der aufsteigenden und 0,25 ml bei der absteigenden Apparatur. Diese Endwerte wurden ebenfalls nach 60 min erreicht. Selbstverständlich haben wir die Blindwerte bei der Berechnung der wiedergefundenen Anteile von zugesetztem Wasser in Abzug gebracht. Interessanterweise erhält man mit Xylol die gleichen Blindwerte wie mit Benzol. Eine merkliche Wasserabspaltung durch Xylol ist also für Zellulose auszuschließen. Trotz wesentlich längerer Destillationszeiten konnte das Wasser bei der absteigenden Apparatur nicht quantitativ wiedergefunden werden, denn



* Wir danken *Herrn Dr. H. U. Müller* von der Firma H. F. & Ph. F. Reemtsma für die Überlassung dieser Apparatur zu Versuchszwecken

auch hier trat, wie schon bei Tabak und bei den Papierblindwerten, ein Defizit von mindestens 0,10 ml auf.

Als Modell für Tabak, der nicht vollständig vom Lösungsmittel bedeckt ist, dienten Filtrierpapierstreifen mit Wasser, die in der Dampfphase des Kolbens aufgehängt wurden. Bereits bei der Bestimmung des Blindwertes für das Papier zeigte sich, daß das Wasser in diesem Falle merklich langsamer abdestilliert. Das gleiche gilt für das zugesetzte Wasser: nach 60 min waren erst 91 bis 94 %, nach 90 min 98—99 % überdestilliert und für den quantitativen Übergang wurden 120 min benötigt. Für den Vergleich mit Tabak ist zu berücksichtigen, daß sich bei diesen Modellversuchen

TABELLE 7

Destillation mit verschiedenen Apparaturen

Einwaage: je 50 g Schnittabak (nach mind. dreitägiger Lagerung). Lösungsmittel: 500 ml Benzol im 1000-ml-Kolben. Destillationsdauer: 120 min
Apparatur: wie angegeben, elektrische Heizhaube (2 Best. mit Gas)

	Aufsteigende Apparatur ml Wasser					Absteigende Apparatur ml Wasser				
	1	2	3	4	∅	1	2	3	4	∅
Tabak A (Orient)	6,90	6,90	6,90 (Glas)	6,90 (Glas)	6,90	6,70	6,65	6,65	6,50	6,65
Tabak B (Blend)	6,20	6,15	—	—	6,20	6,10	6,10	6,00	—	6,05

TABELLE 8

Einwaagen von Wasser

Apparaturen: wie angegeben, elektrische Heizung
– Angegeben sind Durchschnittswerte von Doppelbestimmungen –

Lösungsmittel	Menge ml	Kolben ml	Wasser ml	Papier g	Phase	Aufsteigende Apparatur: Destillationsdauer min.	Aufsteigende Apparatur: Wiedergefunden %	Absteigende Apparatur: Destillationsdauer min.	Absteigende Apparatur: Wiedergefunden %
Xylol	500	1000	5	—	Flüssigkeit	20	100	80	98—100
Benzol	500	1000	5	—	„	140—300	100	600	98
Benzol	500	1000	5	5	„	60	100	180	95–98
Benzol	250	500	10	10	„	10	100	—	—
Benzol	250	500	5	10	Dampf	90	99	—	—
Benzol	250	500	10	10	„	120	100	—	—

die gesamte Wassermenge im Dampfraum befand, während höchstens ein kleiner Anteil des Tabaks nicht vom Benzol bedeckt wird. Für diesen ist das geringe Defizit offensichtlich zu vernachlässigen, wie unsere Versuche (vgl. Tabelle 6) gezeigt haben, bei denen in den Anordnungen A und B der Tabak nicht vollständig vom Benzol bedeckt war.

Die Praxis zeigt also, daß die aufsteigende Anordnung hinsichtlich Vollständigkeit der Wassersammlung und Reproduzierbarkeit der Ergebnisse den absteigenden Geräten überlegen ist. Wir möchten deshalb die einfachere und billigere aufsteigende Apparatur nach DIN 53 656 als Standardgerät vorschlagen. Sie besteht aus dem 1000 ml-Rundkolben (mit NS 29- oder Kugelschliff), dem Destillationsaufsatz (Schliffhülse mit aufsteigendem Rohr, an das nach einer Biegung von 90° das 10 ml fassende Meßrohr direkt angesetzt ist; oberhalb des Meßrohres endet der Aufsatz in einer NS 29-Schliffhülse; ein Hahn ist nicht vorgesehen) und einem Liebigkühler (mit Abtropfrohr), der am oberen Ende mit einem Silicagelrohr gegen Kondenswasser gesichert wird.

Bis auf die Wahl der Apparatur, der Benzolmenge und der Destillationszeit entsprechen unsere Vorschläge denen des Tabak-Kolloquiums in Neuchâtel vom Mai 1960. Wir würden uns freuen, wenn die von uns vorgeschlagenen Anregungen auf fruchtbaren Boden fallen, da es im Interesse der gesamten Tabakwirtschaft liegt, wenn zumindest bezüglich der Tabakfeuchtigkeit auf der ganzen Welt die gleiche Sprache gesprochen wird.

ZUSAMMENFASSUNG

Die z. Z. gebräuchlichen Methoden zur Bestimmung der Tabakfeuchtigkeit werden miteinander verglichen. Es folgen Untersuchungsergebnisse, die mit der Destillationsmethode unter Verwendung verschiedener Destillationsmittel erhalten wurden. Als Standardmethode der Feuchtigkeitsbestimmung wird für Eich- und Laborzwecke die Destillation mit Benzol unter genormten Bedingungen vorgeschlagen (50 g Tabak in 350 ml wasserfreiem Benzol, 1000 ml-Rundkolben, einfache aufsteigende Apparatur nach DIN 53656, Destillationsgeschwindigkeit 10 bis 20 ml/min, Destillationsdauer 90 min).

SUMMARY

After discussion of the conventional methods for the estimation of moisture content of tobacco, test results obtained by the distillation method with different solvents are indicated. Benzol distillation under standardized conditions (50 g tobacco, 350 ml pure benzol, round-bottom flask of 1000 ml capacity, simple rising apparatus according to DIN 53656, distillation rate 10 to 20 ml/min, distillation time 90 min) is recommended as standard method for calibrating and laboratory purposes.

RÉSUMÉ

Après discussion des methodes classiques de mesure de l'humidité du tabac, des résultats obtenus par distillation à l'aide de différents solvants sont décrits. La méthode de distillation par le benzol sous conditions standardisées (50 g de tabac, 350 ml de benzol pure, alambic de 1000 ml de capacité, appareil d'ascension simple conformément à DIN 53 656, vitesse 10 à 20 ml/min, durée 90 min) est recommandée en tant que méthode standard à des fins de jaugeage et pour les laboratoires.

LITERATUR

1. L. Hübschen, Vortrag auf dem 2. Tabak-Kolloquium, Neuchâtel, Mai 1960.
2. H. Kuhn, Mitteilungen auf dem 2. Tabak-Kolloquium, Neuchâtel, Mai 1960.
3. H. U. Müller, persönliche Mitteilung.

Anschrift der Verfasser: Wissenschaftliches Laboratorium der Brinkmann GmbH, Bremen, Dötlingerstraße 4