

hatte einen Schmelzpunkt von 24° . Niedrigere Schmelzpunkte konnten auf diesem Wege aus den zur Verfügung stehenden Paraffinen nicht erhalten werden. Es wurden nun Versuche

die Fehler beim Zusammenwirken beider Fehlerquellen sein können. Fällungen aus Paraffinlösungen in Amylalkohol durch Äthylalkohol 75° Tr. ergaben folgende Werthe:

Schmelzpunkt 0	Angew. Substanz	Gefunden I in g	Gefunden I in Proc.	Gefunden II in g	Gefunden II in Proc.	Zusammen
$27\frac{1}{2}$	1,0950	0,6235	56,940	0,2522	23,031	79,971
$29\frac{1}{2}$	1,0325	0,6355	61,549			
33	1,0185	0,7345	72,115	0,1415	13,893	86,008
38	0,9900	0,7770	78,484	0,1110	11,212	89,696
40	0,9735	0,7990	82,074	0,0835	8,577	90,651
$42\frac{1}{2}$	1,0400	0,9060	87,115	0,0670	6,442	93,557
44	1,0725	0,9560	89,137	0,0503	4,689	93,826
48	0,9975	0,9065	90,877	0,0435	4,360	95,237
62	1,0295	0,9920	96,357	0,0195	1,894	98,251

angestellt, die zeigen sollten, ob das bei 125° verdampfte Paraffin ein Product der Zersetzung war, oder ob Paraffine von bedeutend niedrigerem Schmelzpunkt in den Weichparaffinen enthalten seien.

Die Paraffine wurden mit siedendem Alkohol $94\frac{1}{2}^{\circ}$ Tr. behandelt, der ungelöst gebliebene Paraffinkuchen nach dem Erkalten abgehoben und der anhaftende Alkohol auf dem Wasserbade verjagt, dann wurde der Schmelzpunkt bestimmt. Das bei $+4^{\circ}$ und -18 bis -20° auskrystallisirte Paraffin wurde filtrirt und ebenso wie das obige behandelt. Bei dem letztern wurde zum Filtriren doppelter Trichter, wie ihn Holde beschreibt, benutzt.

Ursprünglicher Schmelzpunkt	38°	33°	$29\frac{1}{2}^{\circ}$
Schmelzpunkt des in Alkohol gelösten Theiles	$38\frac{1}{2}$	34	$30\frac{1}{2}$
Schmelzpunkt des bei $+2^{\circ}$ auskrystallisirten Paraffins . . .	37	32	—
Schmelzpunkt des bei -18° bis -20° auskrystallisirten Paraffins	$34\frac{1}{2}$	$26\frac{1}{2}$	$24\frac{1}{4}$

Aus dieser Zusammenstellung geht hervor, dass in den durch die übliche Krystallisation erhaltenen Paraffinen die homologe Reihe eng begrenzt ist, und man zur Isolirung der untersten Glieder einen anderen Weg einschlagen muss. Durch die geschilderten Versuche wird bewiesen, dass bei Paraffinbestimmungsmethoden von Weichparaffinen möglichst niedrige Temperaturen zur Verdunstung des Fällungsmittels gewählt werden müssen, und dass alle Methoden, die zum Trocknen Temperaturen von 100° und über 100° verlangen, für die Bestimmung von Weichparaffinen unbrauchbar sind.

II. Wie im Vorstehenden erläutert, combiniren sich die Fehler bei den Paraffinbestimmungsmethoden aus der Zersetzung bez. Verdampfung von Paraffin bei Anwendung höherer Temperatur und der Löslichkeit von Paraffin in den verschiedenen Agentien.

Es soll nun gezeigt werden, wie gross

Bei unter I zusammengestellten Versuchen wurde das Paraffin in 50 cc Amylalkohol in der Wärme gelöst und 50 cc Äthylalkohol 75° Tr. zugegeben. Bei den Schmelzpunkten $27\frac{1}{2}^{\circ}$, $29\frac{1}{2}^{\circ}$ und 33° waren erst bei Abkühlung Paraffinausscheidungen bemerkbar. Nach 12stündigem Stehen bei einer Temperatur von $+2^{\circ}$ bis $+4^{\circ}$ wurde filtrirt. Das auf einem bei 90° bis zum constanten Gewicht getrockneten Filter gesammelte Paraffin wurde im Wägegias bei 90° getrocknet und gewogen. Um die Verluste zu reduciren, die entstehen beim Verjagen des Amylalkohols bei 125° , wurde derselbe durch Waschen mit gekühltem Äthylalkohol von 75° Tr. möglichst entfernt. Durch den Waschalkohol fielen bei mittleren und weichen Paraffinen reichliche Mengen Paraffin aus, die wie oben behandelt, getrocknet und gewogen wurden. Diese zweiten Fällungen sind unter II angeführt, wo auch die Summe aus beiden Wägungen angegeben ist.

Durch die in der Zusammenstellung angeführten Zahlen wird die Unbrauchbarkeit der Methode von Zaloziecki für die Bestimmung von Paraffinen in den Ölen aus Braunkohlentheer erwiesen, da dieselbe nur bei harten Paraffinen gute Resultate liefert, in den eben genannten Ölen aber die ganze Reihe der Paraffine vorkommt.

[Schluss folgt.]

Apparat zur Bestimmung des Schwefels im Leuchtgase.

Von

Ferd. Fischer.

Der früher¹⁾ beschriebene Apparat zur Bestimmung des Schwefels im Leuchtgase erfordert gleichmässigeres Eintropfen des Ab-

¹⁾ Ferd. Fischer: Chemische Technologie der Brennstoffe S. 281 u. 293.

sorptionsmittels. Nach mehrfachen Versuchen habe ich denselben so abgeändert, wie Fig. 93 in $\frac{1}{5}$ nat. Gr. zeigt.

Das durch eine Experimentirgasuhr gemessene Leuchtgas verbrennt bei *g* aus einem kleinen Bunsenbrenner in der Erweiterung des Vorstosses *A*. Derselbe ist bei *n* durch einen Asbestring mit dem Kühler

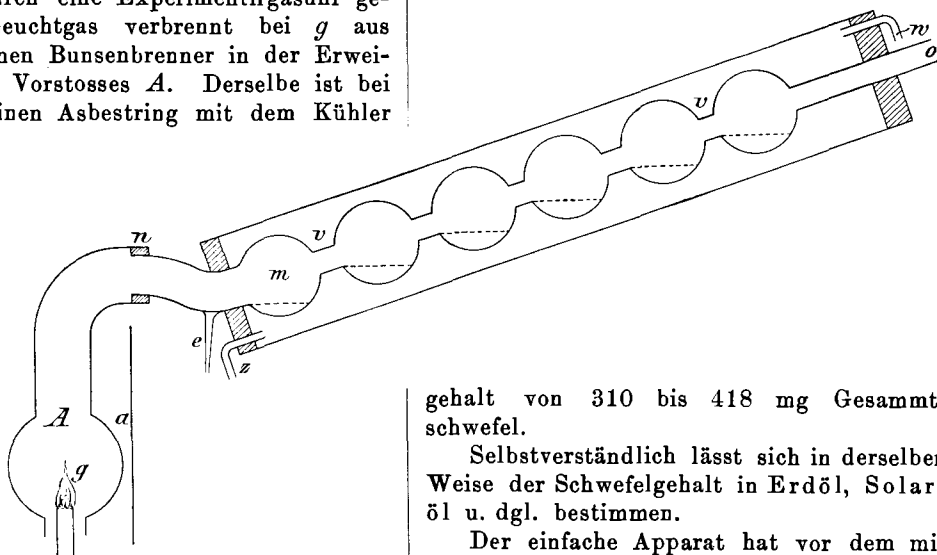


Fig. 93.

verbunden, um ein bequemes Auswechseln bei etwaigem Bruch zu ermöglichen, oder damit verschmolzen. Der bei der Verbrennung entstehende Wasserdampf verflüssigt sich in den kugelförmigen Erweiterungen *m* des Rohres *v*, löst die gebildete Schweflige Säure und Schwefelsäure und fließt durch das angeschmolzene enge Röhrchen *e* in eine Flasche, welche durch eine Asbestplatte *a* vor der strahlenden Wärme der Flamme geschützt wird. Das Kühlwasser tritt in bekannter Weise bei *z* ein und fließt aus dem mit Schlauch verbundenen Rohr *w* wieder ab. Ist keine Wasserleitung vorhanden, so genügt es, etwa stündlich kaltes Wasser nachzugießen. Der Gasstrom wird so geregelt (etwa 25 bis 30 l stündlich), dass eine bei *o* genommene Gasprobe noch 4 bis 6 Proc. freien Sauerstoff enthält. Ist dieses einmal festgestellt, so ist eine weitere Aufsicht nicht erforderlich. Die kleine Vorrichtung wird durch einen beliebigen Retortenhälter oder dgl. getragen.

Bei guter Kühlung erhält man durch Verbrennen von 50 l Gas etwa 50 cc einer wässrigen Lösung von Schwefelsäure und Schweflige Säure, welche direct oder nach Oxydation mit Wasserstoffsuperoxyd mit $\frac{1}{10}$ Normalalkali bestimmt werden. Will man ganz sicher gehen, so lässt man bei Beginn des Versuchs 20 cc $\frac{1}{10}$ Alkali bei *o* einfließen, oxydirt schliesslich mit Wasserstoffsuperoxyd und titirt das überschüssige Alkali zurück oder bestimmt die Schwefelsäure gewichtsanalytisch.

Im Laufe des Winters wiederholt ausgeführte Versuche mit je 50 bis 100 l Göttinger Leuchtgas ergaben einen Schwefel-

gehalt von 310 bis 418 mg Gesamtschwefel.

Selbstverständlich lässt sich in derselben Weise der Schwefelgehalt in Erdöl, Solaröl u. dgl. bestimmen.

Der einfache Apparat hat vor dem mit Sauggebläse arbeitenden den Vorzug, dass ein solches nicht erforderlich ist, besonders aber, dass die Verbrennung des Gases (Erdöls u. dgl.) viel gleichmässiger und sicherer ist. Jedes Nachlassen der Saugkraft des Gebläses stellt die Genauigkeit der Bestimmung in Frage, da die Verbrennung dadurch leicht unvollständig wird.

Über feste und flüssige Siccative.

Von

H. Amsel.

Bereits vor einiger Zeit hatte ich in dieser Zeitschrift (1896, 14) eine kleine Abhandlung über harzsaure Metalloxyde gebracht, in welcher ich diese, für die Firnisdarstellung wichtigen Hilfsmittel bezüglich ihrer Darstellung, Zusammensetzung und Untersuchung einer eingehenden Besprechung unterzogen hatte. Jene Arbeit hat dann Dr. Weger (d. Z. 1896, 17) Veranlassung gegeben, sich ebenfalls mit diesen Siccativen und gleichzeitig mit meinen Ausführungen zu beschäftigen, und so erfreulich es mir nun auch ist, dass meine damalige Abhandlung Anregung gegeben hat, auch andererseits gemachte Beobachtungen und Erfahrungen zu veröffentlichen, so muss ich doch einige Punkte, welche thatsächliche Unrichtigkeiten enthalten oder wenigstens solche, in denen ich von Weger falsch verstanden bin und welche denselben zu ganz falschen Schlüssen geführt haben, richtig stellen.