

hatte einen Schmelzpunkt von  $24^{\circ}$ . 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  $75^{\circ}$  Tr. ergaben folgende Werthe:

| Schmelzpunkt<br>$^{\circ}$ | Angew.<br>Substanz | Gefunden I<br>in g | Gefunden I<br>in Proc. | Gefunden II<br>in g | Gefunden II<br>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  $125^{\circ}$  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  $-20^{\circ}$  auskristallisierte Paraffin wurde filtrirt und ebenso wie das obige behandelt. Bei dem letztern wurde zum Filtern doppelter Trichter, wie ihn Holde beschreibt, benutzt.

Ursprünglicher Schmelzpunkt  $38^{\circ}$   $33^{\circ}$   $29\frac{1}{2}^{\circ}$   
Schmelzpunkt des in Alkohol  
gelösten Theiles . . . . .  $38\frac{1}{2}$  34  $30\frac{1}{2}$   
Schmelzpunkt des bei  $+2^{\circ}$  aus-  
kristallisierten Paraffins . . . 37 32 —  
Schmelzpunkt des bei  $-18^{\circ}$   
bis  $-20^{\circ}$  auskristallisierten  
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  $100^{\circ}$  und über  $100^{\circ}$  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  $75^{\circ}$  Tr. zugegeben. Bei den Schmelzpunkten  $27\frac{1}{2}^{\circ}$ ,  $29\frac{1}{2}^{\circ}$  und  $33^{\circ}$  waren erst bei Abkühlung Paraffinausscheidungen bemerkbar. Nach 12stündigem Stehen bei einer Temperatur von  $+2^{\circ}$  bis  $+4^{\circ}$  wurde filtrirt. Das auf einem bei  $90^{\circ}$  bis zum constanten Gewicht getrockneten Filter gesammelte Paraffin wurde im Wägglas bei  $90^{\circ}$  getrocknet und gewogen. Um die Verluste zu reduciren, die entstehen beim Verjagen des Amylalkohols bei  $125^{\circ}$ , wurde derselbe durch Waschen mit gekühltem Äthylalkohol von  $75^{\circ}$  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 früher<sup>1)</sup> beschriebene Apparat zur Bestimmung des Schwefels im Leuchtgase erfordert gleichmässigeres Eintropfen des Ab-

<sup>1)</sup> 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

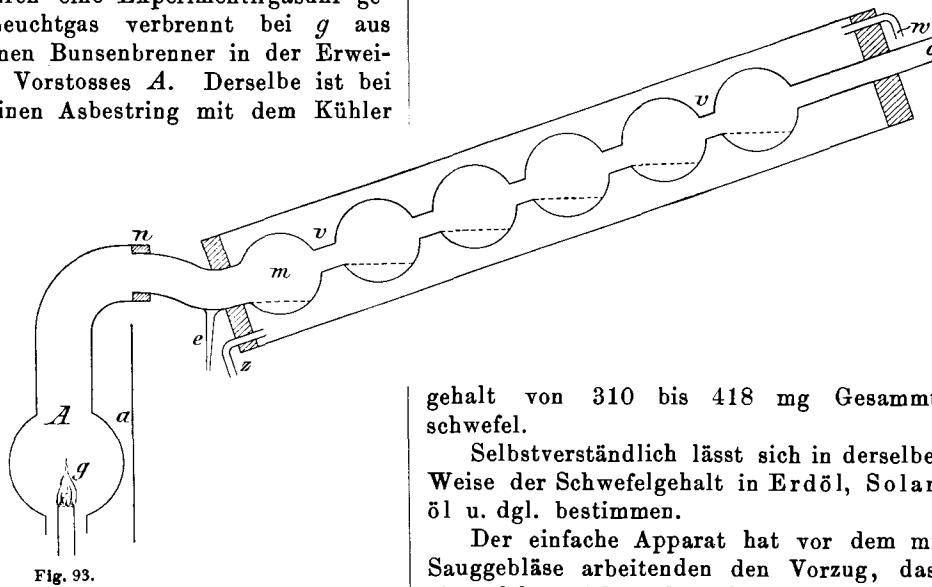


Fig. 93.

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 Schwefligsäure 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 nachzugeßen. 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 Retortenhalter oder dgl. getragen.

Bei guter Kühlung erhält man durch Verbrennen von 50 l Gas etwa 50 cc einer wässerigen Lösung von Schwefelsäure und Schwefligsäure, 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, oxydiert schliesslich mit Wasserstoffsuperoxyd und titriert 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 Siccativen.

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 Färbungsdarstellung wichtigen Hülfsmittel 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 thattsächliche Unrichtigkeiten enthalten oder wenigstens solche, in denen ich von Weger falsch verstanden bin und welche denselben zu ganz falschen Schlüssen geführt haben, richtig stellen.