

dieses, ein Verfahren ausfindig zu machen, welches bei möglichst kurzer Zeitdauer für Betriebszwecke brauchbare Werthe liefert. Bedenkt man, dass der Schwefel im Koks in dreierlei Form vorhanden sein kann, und zwar als sog. Metallschwefel in der Form von Sulfür, als organischer Schwefel und als Erdalkalisulfat, so ist dabei zu berücksichtigen, dass diese letzte Modification infolge des Ganges der Koksbereitung nicht oder doch nur in so geringer Menge vorhanden sein kann, dass die analytische Bestimmung derselben auf das Gesammtresultat einen kaum merklichen Einfluss hat. Bei der Bestimmung des Metallschwefels bieten sich keine erheblichen Schwierigkeiten. Zieht man weiter für die Bestimmung des organischen Schwefels in Betracht, dass es gelingt, durch Kochen mit Salzsäure oder Schwefelsäure in Gegenwart von Wasserstoff im Status nascendi den Schwefel aus organischen Verbindungen in Form von Schwefelwasserstoff zu erhalten, so ist ein einfacher Weg zur Schwefelbestimmung in Koks gegeben, und zwar: Kochen des Koks mit Salzsäure oder Schwefelsäure unter Zusatz eines beim Auflösen Wasserstoff erzeugenden Metalles (Zn, Al o. dgl.) und Auffangen des entwickelten Schwefelwasserstoffs mittels Cadmiumacetats zur colorimetrischen Bestimmung oder mittels eines Oxydationsmittels zur Gewichtsanalyse. Der gleichzeitig entwickelte Wasserstoff gewährt außerdem den Vortheil, als Träger des gewonnenen Schwefelwasserstoffs zu dienen.

Wo es nun auf eine möglichst schnelle Bestimmung ankommt, wäre die Wiborgh'sche Methode mit Vortheil anzuwenden, die bei richtiger Innehaltung der dafür gültigen Vorschriften recht gute Resultate liefert\*). Verfasser verfährt hierbei folgendermaassen: Von der feinst gepulverten und innigst gemischten Probesubstanz werden 0,1 g abgewogen und in den mit kochendem Wasser und einigen Stückchen reinsten Zinks oder Aluminiums beschickten Entwicklungskolben des Wiborgh'schen Apparates gegeben und derselbe wieder geschlossen. Nachdem nach einigen Minuten durch Kochen aller Sauerstoff aus dem Apparat entfernt ist, werden durch den Glockentrichter etwa 50 cc heiße verdünnte Schwefelsäure (1:3) zugegeben und die Probe im langsam Sieden durch 15 bis 20 Minuten erhalten. Darauf wird die Zeugscheibe abgenommen und nach dem Trocknen derselben der Schwefelgehalt in

\*) Verfasser hat nach langjährigen Erfahrungen gefunden, dass die ältere ursprüngliche Construction des Wiborgh'schen Schwefelbestimmungsapparates im Allgemeinen zuverlässigere Resultate ergibt.

bekannter Weise festgestellt. — Zur Oxydationsmethode (Bromsalzsäuremethode oder andere) verwendet man nach Belieben 5 g und mehr Probesubstanz und dementsprechend mehr Zink oder Aluminium und Salzsäure.

Die nach obigem Verfahren gewonnenen Resultate stimmten mit den ausgeführten Vergleichsanalysen recht gut überein, und waren selbst bei der geringen Einwaage von 0,1 g nur Differenzen bis zu 0,15 Proc. zu verzeichnen, ein für Betriebszwecke hinreichend genügendes Resultat.

## Über die Ursache der niedrigen Jodzahl von Leinkuchenfetten.

Von  
G. Fassbender und J. Kern.

Bei Untersuchung von Leinkuchenfetten machten B. A. Ketel und A. C. Antusch (d. Z. 1896, 581) die Wahrnehmung, dass die Jodzahlen des in den Kuchen enthaltenen Fettes weit niedriger waren als die Jodzahl des Gesammtfettes aus noch so stark verunreinigter Leinsaat. Das Öl einer Leinsaat, die mit 20 Proc. Kohlsamen versetzt war, gab als Jodzahl immerhin noch 170, während das Öl aus Kuchen, die nach Schätzung weniger als 10 Proc. Verunreinigungen enthielten, Jodzahlen wie 166, 167 u. s. w. zeigten. Hieraus glaubten die genannten Autoren schliessen zu müssen, dass die untersuchten Leinkuchen einen Zusatz fremden Öles, etwa von Baumwollsaatöl, erhalten hätten. Daraufhin bemerkte Mastbaum (d. Z. 1896, 719), es sei nicht nöthig, eine solche Annahme zu machen, da sich die niedrige Jodzahl des Leinkuchenfettes gegenüber der höheren Zahl der Leinsaat wohl aus verschiedenen anderen Umständen erklären lasse. Er machte u. a. darauf aufmerksam, dass beim Pressen eine Trennung der verschiedenen, ein Pflanzenöl zusammensetzenden Glyceride stattfindet, dass vorwiegend die leichter flüssigen der ungesättigten Fettsäuren ausfliessen, und die festen Glyceride, mit durchgängig niedrigerer Jodzahl, vorwiegend im Presskuchen verbleiben.

Für denjenigen, der die Verhältnisse der Leinöl- und Leinkuchenfabrikation am Niederrhein kennt, kann kein Zweifel darüber bestehen, dass die verschiedene Consistenz des Leinsamenfettes einerseits und des Öles der die Leinsaat gewöhnlich verunreinigenden Samen andererseits eine ausreichende Ursache für die auffallend niedrige Jodzahl des Leinkuchenfettes ist. Die in den Öl-

fabriken meist verarbeitete Asow-Leinsaat kann bis 10 Proc. fremde Ölsamen, meist von Cruciferen (Raps, Hederich, Senf), enthalten. Die Jodzahl des durch Extraction gewonnenen Gesamtfettes einer solchen Leinsaat wird nicht unter 170 sein. Beim Pressen findet aber eine Trennung der Öle in der Weise statt, dass das leichter flüssige Leinöl vorwiegend ausfliesst, die schwerer flüssigen Cruciferenöle in den Kuchen verbleiben. Die Jodzahl des ausgepressten Öles wird darum nicht weit von der Jodzahl reinen Leinöles verschieden sein, während diejenige des Kuchenfettes sich der um 100 liegenden Jodzahl der genannten Cruciferenöle nähert.

Um zu zeigen, dass die Vorgänge beim Pressen der Leinsaat wirklich in der vorbeschriebenen Weise verlaufen, stellten wir folgenden Versuch an: 5 k Leinsaat, welche 9 Proc. Verunreinigungen, darunter 5,3 Proc. ölhaltige Cruciferensamen enthielten, wurden in zwei Partien getheilt und der eine Theil gereinigt, der andere Theil ungereinigt, zuerst kalt, dann warm gepresst und zuletzt mit Petroläther extrahirt. In der folgenden Tabelle sind die Jodzahlen der bei den verschiedenen Pressungen und Extractionen gewonnenen Öle angegeben:

Öl von	a) gereinigter Leinsaat	b) unreiner Lein- saat, mit 5,3 Proc. Cruciferensamen	
I. Kalt gepresst, von	180,5	180,5	
37 Proc. auf etwa 25 Proc. Ölgehalt gebracht.			
II. Bei 70° gepresst, von 25 Proc. auf 12 Proc. Ölgehalt gebracht.	180,3	175,3	
III. Extrahirt, von 12 Proc. auf 0 Proc. gebracht.	179,9	162,5	

Diese Zahlen zeigen deutlich:

1. dass man, besonders bei kalter Pressung, aus unreiner Leinsaat ein reines Leinöl gewinnt,

2. dass die Leinkuchen von unreiner Saat ein sehr unreines Leinöl enthalten, mit weit höherem Gehalte an Cruciferenölen als die ursprüngliche Leinsaat.

Man würde also irre gehen, wenn man aus der niedrigen Jodzahl des Leinkuchenfettes quantitativ einen Schluss auf stattgehabte Beimischungen machen wollte.

### Über Paraffinbestimmung.

Aus den Laboratorien der Sächsisch-Thüringischen Actien-Gesellschaft für Braunkohlen-Verwerthung mitgetheilt von

Dr. Hermann Eisenlohr.

[Schluss von S. 302.]

Bessere Resultate erhoffte ich durch die Alkoholäthermethode zu erzielen und stellte, da nach Höland ölfreie Paraffine, in Äther gelöst, von absolutem Äthylalkohol selbst bei mehreren Grad Kälte nicht vollkommen abgeschieden werden, Versuche an, bei denen das Paraffin in 20 cc Äther gelöst und durch 80 cc Äthylalkohol 75° Tr. gefällt wurde.

Das abgeschiedene Paraffin wurde wie oben behandelt.

Schmelz- punkt °	Angew. Substanz in g.	Zurück- gewonnen in g	Paraffin %
I			
27 1/2	0,7502	0,6679	89,029
29 1/2	0,9671	0,9055	93,634
33	1,2997	1,2550	96,560
38	0,9090	0,8940	98,349
II			
40 1/2	1,2140	1,1525	94,934
42 1/2	1,0665	1,0208	95,715
44	0,8920	0,8625	96,692
46	0,9190	0,8980	97,714
52 1/2	1,1711	1,1600	99,052
55 1/2	0,8135	0,8015	98,524

Die unter I zusammengestellten Fällungen wurden bei einer Temperatur von - 2 bis 0° 12 Stunden gekühlt, bei II betrug die Temperatur + 4 bis + 6°. Interessant sind diese Zahlen hauptsächlich deshalb, weil man daraus erkennen kann, dass eine Temperaturdifferenz von wenigen Graden schon bedeutenden Einfluss hat, eine Beobachtung, die für Paraffine aus der Petroleum-industrie von Holde ebenfalls gemacht wurde. Da auch diese Resultate unbefriedigend waren, und, wie aus denselben zu ersehen ist, ein Hauptwerth darauf gelegt werden muss, ein so ausgezeichnetes Lösungsmittel für Weichparaffin, wie Äther, völlig zu vermeiden, ging ich auf die Methode mit reinem Alkohol über.

Schon der Entdecker des Paraffins, Reichenbach, fand i. J. 1830, dass dasselbe in Alkohol schwerer löslich ist als Öle. Er trennte das dickflüssige und „kristallisierte“ Öl (aus Rothbuchenholz- und Weisstannenholz-Theer gewonnen), indem er zuerst mit wenig, dann portionweise bis zur 6 bis 8fachen Menge Spiritus kräftig durchschüttelte.

„Dabei kommt ein Punkt, wo sich die Lösung trübt und ein dickes Öl sich ab-