

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-

setzt, das sich nun nicht mehr in Spiritus löst und wiederholt mit diesem ausgewaschen wird. Dabei erstarrt das Öl bald und wird nun bis zur Farblosigkeit aus Alkohol umkristallisiert.“

Bevor ich mich mit der Alkoholmethode befasste, war es nötig, genau die Löslichkeit der verschiedenen Paraffine in diesem Reagens zu untersuchen, da sich die Angaben über dieselbe in der Litteratur widersprechen. Höland (Chemzg. 1893, 1410) sagt, dass er in absolutem Äthylalkohol (99,8 Proc. von Kahlbaum bezogen) ein Lösungsmittel gefunden habe, aus welchem bei bestimmten Temperaturen das Paraffin allein wieder ausgeschieden wird. An anderer Stelle (das. S. 1484) sagt er, dass das Paraffin bei  $0^{\circ}$  in absolutem Äthylalkohol vollständig unlöslich ist: „Für weichere Paraffine soll das Lösungsverhältniss wie die Schmelzpunkte niedrigere werden, bei höherer

solches von  $34^{\circ}$  mit Alkohol von  $94\frac{1}{2}^{\circ}$  Tr. übergossen und 12 Stunden einer Temperatur von  $0^{\circ}$  ausgesetzt wurde. Es wurde nun filtrirt und die Filtrate mit Wasser verdünnt. Während das Filtrat des Hartparaffins völlig wasserhell blieb, trübte sich dasjenige des Weichparaffins stark. Es war demnach bei  $0^{\circ}$  Weichparaffin durch Äthylalkohol von  $94\frac{1}{2}^{\circ}$  Tr. gelöst worden. Ferner zeigte absoluter Alkohol 99,8 Proc. der zum Umkristallisiren von Weichparaffin (Schmelzpunkt  $18^{\circ}$ ) diente, beim Abkühlen auf  $-10^{\circ}$  keine Spur von Paraffinabscheidung, obwohl sich beim Verdünnen mit Wasser und Abkühlen auf  $-10^{\circ}$  so reichliche Mengen Paraffin abschieden, dass die ganze Masse gallertartige Consistenz bekam.

Durch diese Thatsachen wurde ich veranlasst, die Löslichkeit verschiedener Paraffine in diesem Alkohol zu prüfen.

Es blieben ungelöst:

Schmelzpunkt 0	Bei $0^{\circ}$			Bei $-18^{\circ}$							
	Angew. Substanz in g	Gefunden in g	Proc. P.	Gefunden in g	Proc. P.	Verdünnt mit cc Wasser	Gefund. Gewicht	Proc. P.	Gewicht zusammen	Gefunden in Proc. zusammen	
29 $\frac{1}{2}$	0,8431	0,6865	81,43	0,0891	10,56	26	0,0470	5,69	0,8226	97,54	
34	0,9380	0,8332	88,82	—	—	—	—	—	—	—	
38	0,7466	—	—	0,6900	92,41	26	0,0405	5,42	0,7305	97,84	
42	0,7577	0,6900	91,02	—	—	—	0,0505	6,66	0,7405	97,72	
Bei $-2$ bis $-4^{\circ}$											
46	1,0005	0,9770	97,65	—	—	8,4	0,0185	1,85	0,9955	99,50	
48	1,0112	0,9933	98,21	—	—	—	—	—	—	98,21	
50	0,9668	0,9608	99,30	—	—	—	—	—	—	99,30	
52	1,0202	1,0180	99,80	—	—	—	—	—	—	99,80	
56	1,1545	1,1526	99,82	—	—	—	—	—	—	99,82	

Temperatur grösser sein, doch wurde Paraffin vom Schmelzpunkt  $34^{\circ}$  (mit absolutem Alkohol rein dargestellt) bei  $0^{\circ}$  als vollständig unlöslich wieder gewonnen.“

Demgegenüber stehen Angaben, die Holde (Chem. Rev. 4, Hft. 1) neuerdings veröffentlicht hat, indem derselbe für Paraffin vom Schmelzpunkt 55 bis  $56^{\circ}$  folgende Lösungsverhältnisse bei  $0^{\circ}$  ermittelte:

100 cc 98,5 proc. Alkohol lösen 0,029 g Paraffin  
100 cc 99,5 proc. Alkohol 0,031 g

Löste sich in 100 cc absolutem Äthylalkohol tatsächlich 0,03 g Paraffin vom Schmelzpunkt 55 bis  $56^{\circ}$ , so war anzunehmen, dass bei weicheren Paraffinen die Löslichkeit bedeutend zunehmen würde. Bei der Paraffinbestimmung in Schuppen von 55 bis  $56^{\circ}$  würde der Verlust bei Anwendung von 0,5 g Substanz schon 6 Proc. betragen und demnach der absolute Alkohol bei  $0^{\circ}$  von vornherein ausgeschlossen sein. Zur Untersuchung dieser Frage wurden zunächst qualitative Versuche angestellt, bei denen fein vertheiltes Paraffin von  $60^{\circ}$  und

Die Tabelle lässt eine stufenweise Abnahme der Löslichkeit mit steigendem Schmelzpunkt des Paraffins erkennen. Zugleich sieht man, dass selbst beim Abkühlen auf  $-15^{\circ}$  und darunter eine quantitative Abscheidung nicht erfolgt. Dieselbe tritt erst nach Verdünnen des Alkohols ein. Nach dem früher Mitgetheilten über die Verluste beim Erwärmen wird es erklärlich, dass die Summe der verschiedenen Fällungen nicht vollständig die angewandte Substanz wiedergab, da das Paraffin bei 80 bis  $90^{\circ}$  getrocknet wurde. Dass der Verlust lediglich durch die zu hohe Temperatur bedingt war, wurde durch folgenden Versuch zur Gewissheit: 0,4395 g Paraffin vom Schmelzpunkt  $31\frac{1}{2}^{\circ}$  in 50 cc absolutem Äthylalkohol gelöst, und das Paraffin durch 20 cc Wasser ausgefällt, ergab, nach Abkühlen auf  $15^{\circ}$ , Filtriren und Trocknen bei  $80^{\circ}$  bis zum constanten Gewicht einen Verlust an Paraffin von 0,0075 g oder 1,71 Proc. Eine Prüfung des Filtrates durch Wasserzusatz zeigte, dass dasselbe paraffin-

frei war. Während des Trocknens stand im Trockenkasten ein Wägglas, das 0,5017 g Paraffin vom gleichen Schmelzpunkt enthielt. Dasselbe verlor durch das Erwärmen 0,0067 g oder 1,34 Proc. seines Gewichtes.

III. Wenn wir aus allen bisher mitgetheilten Versuchen die Consequenzen ziehen, so werden wir darauf hingewiesen, zum Trocknen der Weichparaffinfällungen eine Temperatur, die bedeutend höher als der Schmelzpunkt liegt, überhaupt zu vermeiden. Es wurden daher die Fällungen im Vacuum über Schwefelsäure bei einer Temperatur getrocknet, die nur wenige Grad über dem Schmelzpunkt des Paraffins liegt. Die Wände des dabei benutzten Exsiccators waren zur rascheren Absorption der Dämpfe mit in Schwefelsäure getauchten Bimsteinstücken verkleidet. Der Exsiccator selbst wurde in einem geräumigen Trockenkasten auf die gewünschte Temperatur gebracht. Die folgenden Versuche bezwecken den Nachweis, dass durch die beschriebene Anordnung die Weichparaffinfällungen ohne Verlust getrocknet werden können, und man die Löslichkeit der Paraffine in leicht flüchtigen Agentien, die durch Schwefelsäure absorbirt werden, mit absoluter Genauigkeit bestimmen kann.

Versuch I: Paraffin vom Schmelzpunkt 17° wurde einer Temperatur von 30 bis 35° im evakuierten Exsiccator 2 Stunden lang ausgesetzt und hatte nach dieser Zeit nichts an Gewicht verloren.

Versuch II: 0,5345 g Paraffin vom Schmelzpunkt 31 $\frac{1}{2}$ ° wurden in 50 cc Athylalkohol 99,8° Tr. gelöst, durch 20 cc Wasser gefällt, auf -18 bis 20° abgekühlt und möglichst rasch unter Zuhilfenahme einer Saugpumpe filtrirt. Das Filter war im evakuierten Exsiccator bis zum constanten Gewicht getrocknet. Gefunden wurden 0,5343 g Paraffin, also 0,0002 g oder 0,04 Proc. Verlust, während derselbe durch Trocknen bei 80° 0,0075 g oder 1,71 Proc. betragen hatte.

Versuch III: Holde hat, wie früher mitgetheilt wurde, bestimmt, dass 100 cc Alkohol 99,5° Tr. 0,031 g Paraffin vom Schmelzpunkt 55 bis 56° bei 0° lösen. Da bei harten Paraffinen die Temperatur keine wesentliche Rolle spielt, war zu erwarten, dass eine Löslichkeitsbestimmung mit der beschriebenen Anordnung sich mit Holde's Angaben decken musste. 0,5400 g Paraffin vom Schmelzpunkt 55 $\frac{1}{2}$ ° wurden in 50 cc Alkohol (99,8 Proc.) gelöst, 2 Stunden in Eiswasser gekühlt, wie oben filtrirt, im evakuierten Exsiccator getrocknet und gewogen. Gefunden wurde 0,5250 g. Es waren demnach 0,0150 g oder für 100 cc Alkohol 0,030 g in Lösung gegangen. Diese Zahl stimmt mit der von Holde angegebenen genügend überein.

Versuch IV. In derselben Weise wurde die Löslichkeit von Paraffin vom Schmelzpunkt 31 $\frac{1}{2}$ °, das durch Umkristallisiren vollständig rein dargestellt war, bei 0° bestimmt.

0,4945 g wurden angewandt  
0,2520 - zurückgewonnen.  
100 cc lösen bei 0° demnach 0,4850 g.

Es waren also nur 51,6 Proc. Paraffin wieder gewonnen worden. Zu erwähnen ist noch, dass für diese Bestimmungen der absolute Äthylalkohol von Kahlbaum-Berlin mit dem Vermerk bezogen wurde, dass derselbe Alkohol gewünscht werde, wie ihn Herr Dr. Höland zur Paraffinbestimmung vorschlägt.

Versuch V: Herr Dr. Helfers führte die folgende Bestimmung aus.

0,5425 g Paraffin vom Schmelzpunkt 31 $\frac{1}{2}$ ° wurde angewandt. 0,3650 g zurückgewonnen. Gelöst blieb 0,1775 g oder 0,3550 g in 100 cc. Die Lösung war 2 $\frac{3}{4}$  Stunden auf -3° bis -8° abgekühlt und durch gekühlten Trichter filtrirt worden. Zurückgewonnen wurde bei der angegebenen Temperatur 67,28 Proc.

Versuch VI. Es wurde nun noch die Löslichkeit des Paraffines 31 $\frac{1}{2}$ ° bei -18 bis -20° bestimmt.

0,4100 g wurden angewandt  
0,3470 - zurückgewonnen.  
Gelöst blieb 0,063 g oder 0,126 g in 100 cc. Zurückgewonnen wurden demnach 84,63 Proc.

Versuch VII: 0,4095 g Paraffin 31 $\frac{1}{2}$ ° in 50 cc absolutem Alkohol gelöst, ergaben nach der Fällung mit 15 cc Wasser und Abkühlen auf -18 bis -20° 0,4090 g oder 99,89 Proc.

Versuch VIII: 0,4188 g Paraffin 31 $\frac{1}{2}$ ° in 50 cc Alkohol gelöst, ergaben nach der Fällung mit 12,5 cc Wasser und Abkühlen auf -18 bis -20° 0,4180 g Paraffin oder 99,80 Proc.

Zur Ausarbeitung einer Methode, die zunächst für Weichparaffinschuppen absolut genaue Resultate liefern konnte, war es nöthig, neben der Bestimmung der Löslichkeit eines Paraffines (gewählt wurde der Schmelzpunkt 31 $\frac{1}{2}$ ° als unterste Grenze) in verschieden concentrirtem Alkohol bei möglichst niedriger Temperatur, die Ölmenge zu ermitteln, welche in einem bestimmten Volumen des Alkohols, aus welchem das Paraffin bei niedriger Temperatur quantitativ ausfällt, noch löslich war.

Die Bestimmung der Löslichkeit des Öles war mit vielfachen Schwierigkeiten verknüpft, da vollständig paraffinfreie Öle nur schwierig zu erhalten sind, und selbst die weichsten Paraffine wegen ihrer schweren Löslichkeit in verdünntem Alkohol das Resultat bedeutend trüben. Bei den Versuchen, vollständig paraffinfreies Öl zu erhalten, wurde die interessante Beobachtung gemacht, dass sich aus einem Gelböl vom specifischen Gewicht 0,853, das bei -8° die ersten Paraffinabscheidungen in feinen Flimmern zeigte, noch 25 bis 30 Proc. vollkommen gereinigte Paraffine gewinnen lassen, die zwischen 13 und 17° schmelzen. Diese Paraffine stellen bei Zimmertemperatur wasserhelle Flüssigkeiten dar und scheiden beim Abkühlen unter ihren

Schmelzpunkt grosse, glänzende, wohl ausgebildete Krystalle ab, die sich allmählich zu einer eisähnlichen Masse zusammenschliessen. Das specifische Gewicht des Paraffins vom Schmelzpunkt  $15\frac{1}{2}^{\circ}$  beträgt bei  $16^{\circ}$  0,789. Der bis jetzt erhaltene niedrigste Schmelzpunkt  $+8^{\circ}$  wurde aus Solaröl in einer Menge von 8 Proc. dargestellt. Das zurückgewonnene Gelböl war im specifischen Gewicht von 0,853 auf 0,902 gestiegen, es begann bei  $300^{\circ}$  zu sieden und hinterliess im Siedekolben ein schmierölartiges Öl, das bei  $-18^{\circ}$  nicht erstarrte. Ebenso

wendung von 0,5 g Substanz würden 0,07 g Öl 14 Proc. betragen. Wie wir früher (Versuch VII) gesehen haben, ist nun bei  $-18^{\circ}$  Paraffin vom Schmelzpunkt  $31^{\circ}$  in Alkohol  $80^{\circ}$  Tr. unlöslich. Es kann daher Paraffin in paraffinhaltigen, harzfreien Massen, die nicht mehr als 14 Proc. Öl enthalten, mit absoluter Genauigkeit bestimmt werden. Um die Versuchsdauer nach Möglichkeit abzukürzen, wurde die Grenze festgestellt, bis zu welcher man Weichparaffin, ohne Verluste befürchten zu müssen, erhitzen darf, und dabei folgende Werthe erhalten:

Schmelzpunkt °	Angew. Substanz in g	Abnahme	Abnahme in Proc.	Erhitzungs-Temperatur °	Zeit	Bemerkungen
17	0,4143	—	—	35 bis 40	$2\frac{1}{2}$ Std.	im Exsiccator
17	1,1305	—	—	35 - 40	-	- Trockenschrank
31	0,6255	—	—	35 - 40	-	- Exsiccator
31	0,9770	—	—	35 - 40	-	- Trockenschrank
17	0,5460	0,0005	0,091	45	2 Std.	- Exsiccator
17	0,4790	0,0040	0,83	45	-	- Trockenschrank
17	0,4143	0,0013	0,31	50	-	- Exsiccator
31	0,9770	0,0020	0,20	50	-	- Trockenschrank
17	1,1305	0,0045	0,39	50	-	-
31	0,6255	0,0022	0,35	50	-	- Exsiccator

zeigte das abdestillirte Gelböl bei  $-18$  bis  $20^{\circ}$  keine Spur von Paraffinabscheidung.

Wenn Höland bei seiner Paraffinbestimmungsmethode zur Verdünnung ein Öl wählt, das bei  $2,5^{\circ}$  noch keine Paraffinabscheidung zeigte, so dürfte diese Temperatur noch keine völlige Garantie dafür bieten, dass bei der Behandlung mit Alkohol in der Kälte durch Paraffin, das im Gelböl enthalten ist, das Resultat nicht unweesentlich beeinträchtigt wird. Thatsächlich beobachtete ich, dass bei Paraffinbestimmungen, bei denen Öl zugesetzt war, welches erst unter  $-4^{\circ}$  Paraffinabscheidung zeigte, mehr Paraffin gewonnen wurde als bei Bestimmungen ohne Ölzusatz. So gab 0,9470 g Paraffin vom Schmelzpunkt  $29\frac{1}{2}^{\circ}$  ohne Ölzusatz nach der früher beschriebenen Äther-Alkoholmethode 96,88 Proc. Paraffin, 0,9310 g Paraffin vom gleichen Schmelzpunkt und 0,1921 g Ölzusatz 98,73 Proc. Paraffin. Die Fällung im zweiten Falle war so lange ausgewaschen worden, bis sich das Filtrat durch Wasser nicht mehr trübte.

Mit dem in der angegebenen Weise paraffinfrei gemachten Öl vom specifischen Gewicht 0,902 wurden die Lösungsversuche gemacht und gefunden, dass in 125 cc Alkohol  $80^{\circ}$  Tr. bei  $-18^{\circ}$  bis  $-20^{\circ}$  noch 0,0735 g Öl gelöst bleiben. Es waren 0,0735 g Öl abgewogen und in 100 cc Alkohol  $90^{\circ}$  Tr. gelöst worden. Ich verdünnte nun mit je 1 cc Wasser und kühlte jedesmal auf  $-18$  bis  $20^{\circ}$  ab, so lange, bis die Lösung schwach opalisierte. Durch eine Controlbestimmung wurde das obige Resultat bestätigt. Bei An-

wendung von 0,5 g Substanz würden 0,07 g Öl 14 Proc. betragen. Wie wir früher (Versuch VII) gesehen haben, ist nun bei  $-18^{\circ}$  Paraffin vom Schmelzpunkt  $31^{\circ}$  in Alkohol  $80^{\circ}$  Tr. unlöslich. Es kann daher Paraffin in paraffinhaltigen, harzfreien Massen, die nicht mehr als 14 Proc. Öl enthalten, mit absoluter Genauigkeit bestimmt werden. Um die Versuchsdauer nach Möglichkeit abzukürzen, wurde die Grenze festgestellt, bis zu welcher man Weichparaffin, ohne Verluste befürchten zu müssen, erhitzen darf, und dabei folgende Werthe erhalten:

Es möge nun eine Beschreibung des Verfahrens folgen, welches in dieser Anordnung zunächst für Paraffinschuppen aus Braunkohlentheer ausgearbeitet wurde. Etwa 0,5 g Substanz werden in 100 cc absolutem Äthylalkohol gelöst, unter Umrühren mit einem Thermometer 25 cc Wasser zugegeben und die Masse in einer Kältemischung in gleichen Theilen Eis und Kochsalz auf  $-18$  bis  $-20^{\circ}$  abgekühlt. Nach kurzer Zeit hat sich bei dieser Temperatur das Paraffin quantitativ abgeschieden und wird nun auf einem im evakuirten Exsiccator bei  $35^{\circ}$  bis zum constanten Gewicht getrockneten Filter gesammelt. Als Kühlvorrichtung für das Filter empfiehlt sich die von Holde (Chemzg. 1897, 27) abgebildete Anordnung. Das Auswaschen des Niederschlages geschieht mit auf  $-18^{\circ}$  gekühltem Alkohol  $80^{\circ}$  Tr. so lange, bis das Filtrat sich auf Wasserzusatz nicht mehr trübt. Ist der Alkohol möglichst abgelaufen (man filtrirt am besten mit Saugpumpe), so wird bei  $35^{\circ}$  bis  $40^{\circ}$  im evakuirten Exsiccator bis zur Gewichtsconstanz getrocknet. Dieselbe ist nach 6 bis 8 Stunden erreicht. Versuche, die be zwecken, die Methode auch für Paraffine der übrigen Producte der Braunkohlentheer-Industrie anwendbar zu machen, und solche über die Beziehungen der Weichparaffine zum Vergasungswert der Gasöle sind im Gange und werden später mitgetheilt werden.

Als Beleg für die Genauigkeit der angegebenen Vorschrift möchte ich noch eine

von Herrn Dr. Helpers ausgeführte Bestimmung aufführen.

0,5765 g Paraffin vom Schmelzpunkt  $31\frac{1}{2}^{\circ}$  wurden, nachdem 0,038 g paraffinfreies Öl hinzugefügt war, in 100 cc absolutem Alkohol gelöst und nach der obigen Vorschrift weiter behandelt. Gefunden wurde 0,5745 g Paraffin.

Berechnet: 93,81 Proc. Gefunden 93,49 Proc.

Die Resultate meiner bisherigen Arbeiten lassen sich kurz wie folgt zusammenfassen:

1. dass die bisherigen Bestimmungsmethoden für Paraffin nur bedingungsweise brauchbare Resultate geben, und zwar nur so weit, als härtere Paraffine ermittelt werden sollen; für Weichparaffine aber sind sie unbrauchbar, weil die zum Trocknen vorgeschriebenen Temperaturen von 100 bis  $125^{\circ}$  Substanzverluste verursachen. Es verdamppen z. B.

bei $125^{\circ}$ von 33er Paraffin	18,5 Proc.
und von 48er	noch 1,8
ferner bei $100^{\circ}$ von $29\frac{1}{2}$ er	- - 10
und von 38er	- - 1,4;

2. dass zu dieser Fehlerquelle die Löslichkeit der Paraffine in Äthylalkohol verschiedener Concentration tritt und diese Thatsache nicht unberücksichtigt bleiben darf. Wenn auch die Methode von Zaloziecki für Hartparaffine genügt, so zeigen sich bei ihrer Anwendung für Weichparaffine zu grosse Unterschiede. Das Gleiche trifft für die von Höland vorgeschlagene Methode zu, da die erste Voraussetzung derselben, dass Paraffin bei  $0^{\circ}$  in absolutem Alkohol unlöslich sei, sich nicht bestätigt.

Die Methode von Holde kommt für unsere Zwecke nicht in Betracht, da dieselbe für Erdölrückstände ausgearbeitet ist, und die Producte der Braunkohlentheer-Industrie keine in Alkohol unlöslichen Residuen aufweisen. Dieselbe ist auch nicht als einwandfrei zu bezeichnen, sofern zum Fällen 98,5 proc. Alkohol verwandt wird, in welchem selbst bei — 18 bis —  $20^{\circ}$  Paraffin nicht vollständig unlöslich ist, und ferner das Auswaschen nur bis zu einem nicht scharf bestimmbaren Punkte geschehen darf, um Verluste an Paraffin zu vermeiden.

Dagegen ist von mir bisher festgestellt worden, dass alle Paraffine aus Braunkohlentheer von  $60^{\circ}$  bis  $31\frac{1}{2}^{\circ}$  Schmelzpunkt, die nicht mehr als 14 Proc. Öl enthalten, quantitativ bestimmt werden können, und zwar bei Verwendung von Äthylalkohol  $80^{\circ}$  Tr. Während der ganzen Arbeitszeit ist darauf zu achten, dass die Temperatur nicht höher als —  $16^{\circ}$  steigt, bei welcher auch das Auswaschen absolut scharf durchgeführt werden muss. Getrocknet wird im evakuirten Exsiccator bei 35 bis  $40^{\circ}$  bis zum constanten Gewicht.

Die vorliegende Arbeit ist ein Auszug eines Vortrages, den der Verfasser in der 34. Sitzung des Techniker-Vereins der Sächsisch-Thüringischen Mineralölindustrie am 17. März d. J. gehalten hat.

### Notizen über die fäulnisswidrige Kraft einiger Substanzen.

Von

Th. Bokorn.

Die Fäulniss ist bekanntlich eine durch Bakterien hervorgerufene Zersetzung der Eiweissstoffe, eine Art Gährungsvorgang, bei welchem zahlreiche Zersetzungspoducte auftreten, anorganische Stoffe, flüchtige fette Säuren, Amidokörper, aromatische Stoffe. Als gewöhnliche Fäulnissproducte werden angegeben: Ammoniak, Kohlensäure, Schwefelwasserstoff, Wasserstoff, Schwefelsäure, Essigsäure, Buttersäure, Baldriansäure, Leucin, Tyrosin, Glycocoll, Indol, Scatol, Scatolcarbonsäure, Hydrozimtsäure, Phenylessigsäure, Phenol u. s. w. Was die Quantitäten anlangt, so fand Nencki, dass käufliches Eieralbumin bei 8tägiger Fäulniss 11 Proc. Ammon, 3—5,6 Proc. Buttersäure, 3,35 Proc. Leucin, 5,37 Proc. Kohlensäure bildete. Leim lieferte bei 4tägiger Fäulniss 9,48 Proc. Ammoniak, 24,2 Proc. flüchtige Fettsäuren (Essigsäure, Buttersäure, Baldriansäure), 12,2 Proc. Glycocoll, 19,4 Proc. Leimpepton, 6,45 Proc. Kohlensäure; je länger die Zersetzung dauerte, desto mehr überwog die Essigsäure. Scatol entsteht bei der Fäulniss geradezu ausnahmslos; auf dieses ist der widerliche Geruch zum Theil zurückzuführen; ausserdem auf Indol, Schwefelwasserstoff, Mercaptan u. s. w.

Der Fäulnisserreger ist nach G. Hauser nicht eine einzelne Spaltpilzart (nicht *Bacterium termo*, wie früher angenommen wurde), sondern es bewirken den Fäulnissvorgang hauptsächlich 3 Bakterienarten von sehr wandelbarer Gestalt: *Proteus vulgaris*, *Proteus mirabilis* und *Proteus Zenkeri*; erstere zwei verflüssigen Gelatine, letztere nicht. Endosporen bilden diese 3 Arten nicht; bei Abwesenheit von Sauerstoff stellen sie das Wachsthum ein, ohne jedoch abzusterben. In mineralischen Nährösungen gedeihen sie nicht, in eiweisshaltigen Nährböden rufen sie stinkende Zersetzung hervor. Noch andere fäulnisserregende Bakterien seien hier übergegangen.

Da die Fäulniss ein Lebensvorgang ist, so kann dieselbe durch lebensfeindliche Sub-