Die Bestimmung von Harzöl in Mineral-Schmieröl, welche ursprünglich von H. Hager herrührt, ist von L. Storch*) etwas abgeändert worden. 10—15 g des Schmieröles, welches keine fetten Oele, wohl aber Harzöl enthält**), wird mit etwa der fünffachen Menge Alkohol von 96 Volumprocent in einem Kölbchen auf dem Wasserbade ganz gelinde erwärmt, geschüttelt und dann auf Zimmertemperatur abgekühlt. Dann wird der Alkohol in ein tarirtes, etwa 7 cm hohes Erlensmeyer'sches Kölbchen gebracht, das im ersten Kölbchen zurückgebliebene Mineralöl mit einigen Cubikcentimetern 90procentigen Alkohols umgeschwenkt (nicht geschüttelt), die Lösung in das zweite Kölbchen gebracht und nun auf schwach siedendem Wasserbade erwärmt, wobei man das Gefäß mit einem abgesprengten Becherglase umgibt, um allzu starke Condensation an den Gefäßwänden zu vermeiden. Man erwärmt, bis der Rückstand im Kölbchen blasenfrei ist, wiegt nach dem Erkalten (das Gewicht des Rückstandes sei A) und übergießt den Rückstand mit dem zehnfachen Gewichte Alkohol von 96 Volumprocent. Falls der Rückstand ganz aus Harzöl bestände, würde die Menge Alkohol zur Lösung ausreichen. Man verfährt mit der alkoholischen Lösung in gleicher Weise wie das erstemal und erhält einen nur noch geringe Mengen Mineralöl enthaltenden Verdunstungsrückstand (B).

Die Differenz in den angewendeten Alkoholmengen bei A und B war offenbar erforderlich zur Lösung des bei der Operation B ungelöst gebliebenen Mineralöles. Hieraus kann man unter Berücksichtigung der bei B verwendeten Alkoholmenge einen Schluss ziehen auf die Menge Mineralöl, welche durch den Alkohol gleichzeitig mit dem Harzöl noch

*) Ber. d. österr. Gesellsch. z. Förder. d. chem. Ind. 9, 93; durch Chemiker-Ztg. 11, Rep. 252.

**) Zur Erkennung des Harzöles werden 1—2 cc des zu untersuchenden Mineralöles mit 1 cc Essigsäure-Anhydrid geschüttelt oder gelinde erwärmt, dann absetzen, beziehungsweise erkalten gelassen. Die Essigsäure-Anhydridlösung wird mittelst Pipette abgehoben und in einem Reagirglase mit 1 Tropfen Schwefelsäure versetzt. Bei Gegenwart von Harzöl tritt violettrothe Färbung ein. Die Reaction ist zuerst von C. Liebermann für Harzsäuren angegeben; Storch fand dieselbe auch für solche Harzöle zutreffend, welche wiederholt destillirt und mit wässrigem Alkali behandelt waren. Zum Nachweise von Harzölen in fetten Oelen ist die Reaction nicht zu gebrauchen, da es vegetabilische (Olivenöl) und thierische Fette (Wollschweifsfett) gibt, welche Cholesterin enthalten, das mit Essigsäureanhydrid und Schwefelsäure gleichfalls eine Farbenreaction gibt.

gelöst war.*) Durch Subtraction dieser Menge von dem Gewicht des Rückstandes B erhält man einen etwas geringeren Harzölgehalt als der Wirklichkeit entspricht. In Wahrheit liegen die Resultate zwischen dem Gewicht von B und demjenigen, welches man nach Abzug der Correctur von B erhält.

Zum Nachweise von Baumwollsamööl im Schweineschmalz eignen sich nach Versuchen von A. Bujard und J. Waldbauer**) die Silbernitrat-Probe nach Bechi-Hehner und die Bleiacetat-Reaction nach Labiche. Zur Anstellung der ersteren werden 10 g des filtrirten wasserfreien Schmalzes mit 5 cc Silberlösung***) im Wasserbade eine Viertelstunde hindurch unter wiederholtem Umschütteln erhitzt, wobei die Mischung je nach ihrem Gehalte an Baumwollsamööl eine mehr oder weniger stark rothbraune bis schwarze Färbung annimmt. Reines Schweineschmalz, Mohnöl, Olivenöl, Sesamöl bleiben bei Anstellung dieser Probe unverändert. Zur colorimetrischen Bestimmung des Gehaltes an Sesamöl eignet sich die Probe nicht.

Will man das Schweineschmalz nach Labiche prüfen, so werden 25 g des geschmolzenen, klaren Fettes mit 25 cc einer auf etwa 35° erwärmten Bleilösung†) versetzt und nach Zugabe von 5 cc Ammoniak gut gemischt. Die so erhaltene emulsionsartige Flüssigkeit zeigt bei Gegenwart von Baumwollsamööl schon nach kurzer Zeit eine gelbrothe Färbung, welche nach eintägigem Stehenlassen intensiver wird. Mohnöl, Rapsöl, Sesamöl, reines Schweineschmalz blieben bei den Versuchen der Verfasser mehrere Tage hindurch unverändert.

Auch die Temperaturerhöhung beim Mischen eines Untersuchungsobjectes mit Schwefelsäure nach der bekannten Methode Maumené's ††) gibt als qualitative Prüfung einen Anhalt zur Beurtheilung, ob reines oder vermischtes Schmalz vorliegt, eignet sich jedoch nicht zur quantita-

*) Wobei Verfasser jedoch den Einfluss des Harzöles auf die Löslichkeit des Mineralöles ziemlich unberücksichtigt lässt.

**) Zeitschrift f. angew. Chemie 1889, S. 119.

***) 1 g Silbernitrat, 200 g Alkohol, 40 g Aether und etwa 0,1 g Salpetersäure.

†) 50 g neutrales Bleiacetat 100 cc Wasser. (Ich bemerke hierzu, dass nach der Pharmakopoe 1 Theil Bleiacetat in 2,3 Theilen Wasser bei 15° C. löslich ist. Beilstein citirt Angaben, nach welchen 1 Theil Bleiacetat bei 15° C. 2,19 Theile Wasser zur Lösung erfordern würde. Die Lösung muss also schon, um die vorgeschriebene Stärke zu erhalten, etwas erwärmt werden. W. L.)

††) Vergl. diese Zeitschrift 21, 446.