In ganz ähnlicher Weise bewirkt B. Kohnstein*) die Bestimmung freier Schwefelsäure im Essig. 100 cc des letzteren werden mit Magnesia gesättigt, 25—30 cc des klaren Filtrates zur Trockne verdunstet, gegläht und der Glührückstand mit kohlenensäurehaltigem Wasser eingedampft, damit das Magnesiumcarbonat pulveriger wird und sich leichter auswaschen lässt. Dann wird mit heissem Wasser aufgenommen, ausgewaschen, im Filtrate nach Ausfällung des Kalkes die Magnesia bestimmt und aus deren Menge die vorhandene Schwefelsäure berechnet. Durch Eindampfen und Veraschen des Essigs kann man den natürlichen Gehalt desselben an etwa vorhandener Magnesia bestimmen und entsprechend in Abzug bringen.

Zum Nachweis einer reinen Indigofärbung, wie sie seitens der Militärverwaltung gefordert wird, empfiehlt Philipps**) auf Grund eigener Versuche mit selbstgefärbten Stoffproben, das zu untersuchende Muster mit verdünnter Salpetersäure (1:6) in der Wärme abzuziehen. Hierbei nehmen diejenigen Proben, welche mit reinem Indigo gefärbt sind, eine strohgelbe Farbe an, während die mit Untersatz***) behandelten Stoffe mehr oder weniger bräunlich werden. Verfasser empfiehlt dieses Verfahren zum schnellen Nachweis, hält aber die Ausführung einer Gegenprobe für zweckmässig.

Ueber die Prüfung des Safransurrogates hat G. Heppet) Mittheilungen gemacht, auf welche bei dem sehr beschränkten Interesse des Gegenstandes hier nur aufmerksam gemacht werden kann.

Beiträge zur Untersuchung des vulkanisirten Kautschuks††) hat C. Reinhardt†††) geliefert. Bei Aschenbestimmungen in der Muffel fand Verfasser zum Theil erheblich geringere Werthe, als beim Veraschen (von 0,5—1 g Substanz) über der Berzeliuslampe, wobei die Temperatur so niedrig gehalten wurde, dass der angewendete Platintiegel§) nicht roth wurde.

*) Dingler's pol. Journ. **256**, 128; vom Verfasser eingesandt.

) Chemiker-Zeitung **9, 1429.

***)) Viele Färber machen, um an Indigo zu sparen, einen Untersatz von Blau- oder Sandelholz und setzen dann erst Indigo auf.

†) Chemiker-Zeitung **6**, 1170.

††) Vergleiche diese Zeitschrift **24**, 167.

†††) Stahl und Eisen, vom Verfasser eingesandt.

§) Ich würde zur Analyse von vulkanisirtem Kautschuk wegen des häufig in demselben vorkommenden Antimongehaltes keinen Platintiegel anwenden. W. L.

Zur Bestimmung der Mineralbestandtheile, mit Ausnahme des Schwefels, werden 0,5—1 g Gummischnitzel mit 20 cc gelblicher Salpetersäure von 1,4 spec. Gew. bis zur Lösung erwärmt und das Reactionsproduct nach bekannten Methoden — bezüglich deren Anwendung hier auf das Original Bezug genommen werden kann — untersucht.

Bei Bestimmung des Gesamt-Schwefels zersetzt Reinhardt 0,5—1 g Gummischnitzel mit 20 cc Salpetersäure von 1,4 spec. Gew. unter Zugabe einiger Prisen chlorsauren Kalis, verdunstet zur Trockne, scheidet die Kieselsäure in bekannter Weise ab, bestimmt im Filtrate die vorhandene Schwefelsäure durch Baryumchlorid direct und im Rückstande (welcher neben der Kieselsäure Baryumsulfat enthalten kann) nach dem Veraschen und Schmelzen mit Kalium-Natriumcarbonat in bekannter Weise. Die Bestimmung des Vulkanisirungsschwefels gründet Reinhardt auf eine trockne Destillation des Gummis im eigens dafür hergestellten zugeschmolzenen Glasrohr. *)

Man braucht zu diesem Zweck das in Figur 66 dargestellte Destillationsrohr. Es besteht im wesentlichen aus dem Destillirraum *a*

Fig. 66.

aus schwer schmelzbarem Glase mit etwas dicker Glaswandung und dem Condensationsraum *b* mit weniger dicker Wandung, *c* ist ein Verbindungsrohr, *d* ein Einfüllrohr. Diese letzteren haben eine lichte Weite von 5—7 mm. Nachdem man die abgewogenen Gummischnitzel, circa 1 g, durch *d* eingefüllt und in den Raum *a* hat gelangen lassen, zieht man das Rohr *d* an der Stelle *e* aus und schmilzt es zu. Wenn man dann allmählich den Raum *a* schwach über der Lampe erhitzt, so

*) Die Methode dürfte sich für vulkanisirten Kautschuk, welcher Fünffach-Schwefelantimon enthält, nicht gut eignen, da bei der Destillation dieser Verbindung Dreifach-Schwefelantimon zurückbleibt, während nur ein Theil des destillirten Schwefels vulkanisirend gewirkt zu haben braucht. W. L.

beginnt die Destillation der Kautschuköle und Verflüchtigung des Vulkanisierungsschwefels nach dem Condensationsraum *b* hinüber. Zu bemerken ist, dass das Rohr in horizontaler Lage erwärmt und öfters gedreht wird und dass die Temperatur niedrig gehalten werden muss. Sobald die Destillation aufgehört hat, wird die Stelle *c* etwas erhitzt, um alles Flüchtige nach *b* zu treiben. Nach einigem Abkühlen schneidet man behutsam bei *c* mittelst Glasmesser durch und behandelt den Körper *b* mit Salpetersäure von 1,40 spec. Gew. und etwas chlorsaurem Kali in der Wärme. In kürzester Zeit hat sich alles gelöst. Die salpetersaure Lösung wird eingedampft, mit Salzsäure befeuchtet, wieder eingedampft, mit Salzsäure und heissem Wasser aufgenommen und filtrirt. Im heissen Filtrat fällt man die Schwefelsäure mit Baryumchlorid. Statt bei *c* zuzuschmelzen, könnte man während der Destillation ein Korkstöpfchen in die Einfüllöffnung stecken, nach der Operation das Rohr bei *c* durchschneiden und den Körper *b* mittelst Spritzflasche und warmer Salpetersäure einfach ausspülen, man hätte dann nicht nöthig, den ganzen Hohlkörper mit Säure auszukochen.

Das indirecte Verfahren des Verfassers zur Harzbestimmung kann im Anschluss hieran nur erwähnt werden.

Nach Burghard *) enthält guter Kautschuk nie mehr als 0,5 % Wasser. Sobald derselbe sich oxydirt und hart wird, steigt der Wassergehalt; bei oxydirtem Kautschuk beträgt derselbe 5—10 %. Auch die Sauerstoffbestimmung soll den Grad der Veränderung des Kautschuks schätzen lassen, denn bei zunehmender Veränderung nimmt die Menge des in demselben enthaltenen Kohlenstoffs ab, diejenige des Sauerstoffs zu.

Bei Untersuchung gemischter Gewebe und Garne bestimmt A. Gawalowski **) die Trockensubstanz von 2—5 g bei 100° mit Hülfe einer Vorrichtung, welche die Bestimmung des Gewichtsverlustes im Trockenraume selbst ermöglicht und bezüglich deren hier wohl auf das Original Bezug genommen werden kann.

Der Fettgehalt ergibt sich durch Extraction von 15—20 g der gelinde ausgetrockneten Probe mit reinstem Petroläther, Verdunsten und Wiegen des Fettrückstandes. Die Verwendung von Aethyläther hält

*) Répertoire de Pharm. 12, 417; Moniteur scientifique [3 série] 14, 31; Arch. d. Pharm. 223, 75.

**) Wochenschrift für Spinnerei und Weberei 2, 234.