des Benzins ist in hohem Maße von der Zusammensetzung desselben abhängig. Leichte Benzine vom spez. Gew. 0,680 bis 0,700 erstarren bei -135 bis -170° , mittlere Benzine vom spez. Gew. 0,700 bis 0,740 erstarren bei -125 bis -150° und schwere Benzine vom spez. Gew. 0,740 bis 0,760 erstarren bei -95 bis -120° . Dobriner.

Zur Ermittlung des **Schwefelgehaltes in vulkanisiertem Kautschuk** haben Hinrichsen und Kindscher¹⁾ ein von Rothe ausgearbeitetes Verfahren benutzt und wie folgt beschrieben: In einem 200—250 *ccm* fassenden Rundkolben aus Jenaer Glas löst man 1 *g* Magnesiumoxyd in konzentrierter Salpetersäure und befreit die Lösung unter Umschwenken über freier Flamme (Bunsenbrenner) vom Wasser. Zu dem trocknen Magnesiumnitrat gibt man dann 2 *g* der zu untersuchenden Kautschukprobe, fügt wenig verdünnte Salpetersäure hinzu und erwärmt zur Einleitung der Reaktion auf dem Wasserbade. Nachdem die lebhafte Reaktion vorüber ist, versetzt man mit 30—40 *ccm* Salpetersäure (*d* 1,48), erhitzt auf dem Sandbade zum schwachen Sieden und erhält $1\frac{1}{2}$ —2 Stunden bei dieser Temperatur. Sodann raucht man die Salpetersäure unter Umschwenken über freier Flamme ab, bis die Nitrate sich zu zersetzen beginnen, lässt abkühlen, gibt nochmals 10 *ccm* starke Salpetersäure zu, erhitzt $\frac{1}{2}$ Stunde wie vorher auf dem Sandbade und raucht wieder über der freien Flamme eines Bunsenbrenners zur Trockne ab, worauf man über einem Dreibrenner bis zur völligen Zersetzung der Nitrate und Verbrennung der noch vorhandenen organischen Substanz weiter erhitzt. Den nunmehr mehr meist weissen Rückstand löst man durch Kochen mit 10 *ccm* Salzsäure 1,124, verdünnt mit 20—30 *ccm* Wasser und filtriert nötigenfalls. Im Filtrat bestimmt man alsdann die Schwefelsäure in bekannter Weise als Baryumsulfat.

Dobriner.

Die Analyse von Seifenpulvern führen Louis Rosenberg und Viktor Lenher²⁾ folgendermaßen aus: Zur Wasserbestimmung werden 2 *g* der Probe 10—20 Stunden lang im Vakuumtrockenschrank bei 60 *mm* Druck und einer Temperatur von 60 — 65° getrocknet. — Das unverseifte Neutralfett und die unverseifbaren Stoffe ermittelt man durch Ausziehen mit Petroläther. — Die Fettsäuren bestimmt man am besten nach dem «Küchenverfahren». — Eine Bestimmung des Gesamtalkalis wird nur zur Kontrolle der Einzelbestimmungen ausgeführt. — Chlornatrium ermittelt man gewichtsanalytisch. — Um die Füllstoffe von der eigentlichen Seife zu trennen, benutzt man 95 %igen Alkohol; bei stark wasserhaltigen Seifenpulvern absoluten Alkohol. Die Ausführung der ganzen Analyse gestaltet sich folgendermaßen: Nach Bestimmung des Wassers zieht man den Trockenrückstand mit Petroläther aus, trocknet den Rückstand bei

¹⁾ Beiträge zur Theorie der Vulkanisation des Kautschuks. Mitt. K. Materialprüfungs-Amt, Grosslichterfelde **34**, 258 (1917). — ²⁾ Journ. Ind. Eng. Chem. **8**, 716 (1916); durch Chem. Zentrbl. **89**, I, 668 (1918).

110° und wägt. Man erhält so das Gewicht der verbleibenden Seife und der Mineralstoffe. Durch Ausziehen mit 95% igem Alkohol entfernt man die Seife und das freie Alkali. Die alkoholische Lösung titriert man nun mit $\frac{1}{10}$ -Säure und Phenolphthalein als Indikator. Der Säureverbrauch entspricht dem vorhandenen freien Alkali. Die titrierte (neutrale) Lösung kocht man nun, nach starkem Verdünnen mit Wasser, um den Alkohol zu entfernen, versetzt dann mit überschüssiger Salpetersäure, kocht, fügt 4 g vorher auf 160° erhitzt gewesene Stearinsäure hinzu, kocht wieder und kühlt ab. Die Lösung, die das als Seife vorhanden gewesene Alkali enthält, wird jetzt durch Titrieren mit $\frac{1}{2}$ -NaOH neutralisiert; der Fettsäurekuchen wird getrocknet und gewogen. Den beim Ausziehen mit Alkohol verbleibenden Rückstand, der Soda, Chlornatrium, Natriumsilikat, -sulfat und -borat enthält, löst man in heissem Wasser, verdünnt auf 250 ccm und filtriert. In je 50 ccm des Filtrats wird die Soda durch Titrieren mit $\frac{1}{2}$ -HCl, das Chlornatrium durch Fällern mit Silbernitrat, die Kieselsäure durch mehrmaliges Eindampfen mit Salzsäure, das Sulfat durch Fällern mit Chlorbaryum und das Borat durch Titrieren in Gegenwart von Glycerin oder Mannit bestimmt. Der in heissem Wasser unlösliche Anteil (Stärke und unlösliche Stoffe.) wird ebenfalls gewogen. Dobriner.

Die flüchtigen Bestandteile von Ölfirnissen bestimmen A. de Waele und F. Smith¹⁾ durch Kochen des Firnisses mit Wasser, bis kein Geruch der flüchtigen Bestandteile mehr wahrzunehmen ist. Angewandt werden 3—4 g Firnis und 60—70 ccm Wasser. Den Rückstand behandelt man nach Abgiessen des Wassers in der Wärme zunächst mit Alkohol und dann mit Azeton, wobei er klar und durchscheinend wird. Nachdem durch Blasen mit Luft das anhaftende Azeton entfernt und das Gefäß vollständig abgekühlt ist, wägt man. Das Verfahren gibt mit den nach der Methode von Mc Ilhiney erhaltenen gut übereinstimmende Werte, ist demselben aber vorzuziehen. Dobriner.

3. Auf Pharmazie bezügliche Methoden.

Über die quantitative Bestimmung des Arsens im Salvarsan und Neosalvarsan. Eine Zusammenstellung der bisher bekannten Methoden, von denen einige in dieser Zeitschrift²⁾ bereits mitgeteilt wurden, hat Utz³⁾ veröffentlicht. Im folgenden wird über die in jüngster Zeit angegebenen Verfahren berichtet.

A. Kircher und F. von Ruppert⁴⁾ teilen das Verfahren mit, nach welchem im pharmazeutischen Untersuchungslaboratorium der Farbwerke vorm. Meister, Lucius u. Brüning, Höchst a. Main der Arsengehalt im Salvarsan und seinen Abkömmlingen festgestellt wird.

¹⁾ Analyst **42**, 170 (1917); durch Chem. Zentrbl. **88**, II, 567 (1917). — ²⁾ Vergl. diese Ztschrft. **52**, 398 (1913) und **53**, 71 u. 73 (1914). — ³⁾ Südd. Apoth.-Ztg. **61**, 87 u. 94 (1921). — ⁴⁾ Ber. der Deutsch. pharm. Ges. **30**, 419 (1920).