solchen, die Kalkseifen enthalten, die Substanz bei 95—100°C vorgetrocknet werden, denn vorhandene Feuchtigkeit verhindert die vollständige Lösung der Kalkseifen.

A. Czapski.

Zur Bestimmung des freien Kohlenstoffs in Gummiwaren liefern A. H. Smith und S. W. Epstein¹⁾ einen Beitrag. Die Veranlassung hierfür war das Bestreben, das Verfahren der Gummibestimmung genauer zu gestalten. Denn die Berechnung des Gummigehalts aus der Differenz zwischen 100 und den Werten für die Mineralstoffe, den Gesamtschwefel und den verschiedenen Extraktivstoffen führt zu unzuverlässigen Resultaten, wenn freier Kohlenstoff vorhanden ist. Andererseits erfordert die Ausführung der direkten Bestimmung des Gummis viel Zeit und ist zu umständlich, als dass sie für Betriebsanalysen in Betracht käme.

Um zu richtigen Werten bei der Untersuchung von Gummiwaren zu gelangen, musste also eine Methode ausgearbeitet werden, welche eine einwandfreie Ermittlung des vorhandenen freien Kohlenstoffs gestattet, und eine solche geben die Verfasser an. Nach derselben wird folgendermaßen verfahren:

1 g der Probe wird 6 Stunden mit Aceton und darauf 3 Stunden mit Chloroform oder Schwefelkohlenstoff extrahiert. Der Extraktionsrückstand wird in ein Becherglas übergeführt und auf einem Wasserbad erhitzt, bis jede Spur des Extraktionsmittels verjagt ist. Sobald dies erreicht ist, gibt man einige *ccm* heisse konzentrierte Salpetersäure zu und lässt etwa 10 Minuten in der Kälte stehen. Nach weiterem Zufügen von 50 *ccm* heisser konzentrierter Salpetersäure, die man dazu benutzt, um die Wandungen des Becherglases abzuspülen, erhitzt man ungefähr eine Stunde auf dem Wasserbade, bis jede Gasentwicklung und Schaumbildung aufgehört hat. Nun filtriert man noch heiss durch einen Gooch-tiegel, auf dessen Siebboden sich eine ziemlich dicke Lage von geglühtem Asbest befindet, unter schwachem Saugen und wäscht mit heisser, konzentrierter HNO_3 nach. Das Filtrat wird aus der Saugflasche entfernt und der Rückstand im Tiegel weiter abwechselnd mit Aceton und Benzol nachgewaschen, bis das Filtrat klar abläuft. Darauf verwendet man zum Auswaschen heisse 15% ige Natronlauge und prüft den verbleibenden Rückstand auf etwa noch vorhandenes Blei, indem man ammoniakalisch gemachte Ammoniumacetatlösung durch den Gooch-tiegel hindurch saugt und in eine Lösung von Natriumchromat fließen lässt. Entsteht dabei ein gelber Niederschlag, so muss mit Ammoniumacetat nachgewaschen werden, bis sich die Waschwasser als frei von Blei erweisen. Der Rückstand wird nun noch mit warmer 5% iger Salzsäure nachgewaschen, in einem Luftbad $1\frac{1}{2}$ Stunde bei 150° getrocknet und gewogen. Darauf wird behufs Verbrennung des Kohlenstoffs bis zur schwachen Rotglut erhitzt und wieder gewogen. Die Gewichts-differenz ergibt, wie von den Verfassern auf Grund vieler Bestimmungen festgestellt wurde, etwas

¹⁾ Journ. Ind. Eng. Chem. 11, 33 (1919).

mehr, als dem wirklichen Gehalt des Gummis an in Form von Lampenruss oder Gasruss vorhandenem Kohlenstoff entspricht, und zwar 105⁰/₁₀₀, so dass an dem erhaltenem Wert eine Korrektur angebracht werden muss.

Bei Gummiprobe, die 10⁰/₁₀₀ freien Kohlenstoff und mehr enthalten, verwendet man nur 0,5 g zur Untersuchung, in allen anderen Fällen 1 g, wie oben angegeben.

A. Czapski.

Die Bestimmung von Paraffin in Ozokerit und Ceresin haben J. Marcusson und H. Schlüter¹⁾ zum Gegenstand einer Untersuchung gemacht. Dies geschah hauptsächlich aus dem Grunde, weil sowohl der Ozokerit als auch das aus diesem hergestellte Ceresin sehr häufig durch Zusatz von Paraffin verfälscht sind und weil alle drei Körper in ihren Eigenschaften sich so ähnlich sind, dass dem Nachweis einer solchen Verfälschung grosse Schwierigkeiten entgegenstehen. Namentlich die dem Ozokerit anhaftenden Verunreinigungen, bituminöse und erdige Stoffe, sind bei der Untersuchung in hohem Maße hinderlich, und es gilt daher vor allem, diese zu entfernen. Man muss dabei in derselben Weise vorgehen, wie bei der Veredelung des Ozokerits zu Ceresin im Grossbetriebe, indem man die zu untersuchende Probe mit konzentrierter Schwefelsäure auf 180° erhitzt; hierdurch vereinfacht sich die gestellte Aufgabe schliesslich zu einer Prüfung des Ceresins auf Paraffin.

Scharfe chemische Unterscheidungsmerkmale dieser beiden, zur gleichen Kohlenwasserstoffreihe gehörenden Verbindungen fehlen gänzlich, aber auch ihr physikalisches Verhalten verläuft in so weiten Grenzen, dass auf Grund desselben eine scharfe Trennung und Identifizierung fast unmöglich ist. Lediglich ihr verschiedenes Verhalten gegen Lösungsmittel bot den Verfassern eine Handhabe, die gestellte Aufgabe zu lösen.

E. Graefe²⁾ hatte bei einer das gleiche Thema behandelnden Untersuchung gefunden, dass aus einer Lösung von Ceresin in Schwefelkohlenstoff durch ein Alkohol-Äthergemisch 55—60⁰/₁₀₀ des Ceresins ausgefällt werden und dass dieses Verhältnis auch bei Anwesenheit von Paraffin, auf welches das Alkohol-Äthergemisch nicht einwirkt, stetig dasselbe bleibt. Mit einem höheren Gehalt an Paraffin geht also eine Abnahme des Niederschlages Hand in Hand, und hierauf gründen Marcusson und Schlüter ihr Verfahren, welchem sie folgende Gestalt geben:

Man erwärmt 3 g der, wenn nötig, vorher zur Entfernung der verunreinigenden Beimengungen mit konzentrierter Schwefelsäure behandelten Substanz mit 300 ccm Schwefelkohlenstoff schwach unter einem Rückflusskühler bis zur vollständigen Lösung. Darauf lässt man auf 25° abkühlen und fügt 30 ccm des Alkohol-Äthergemisches, aus gleichen Teilen 96⁰/₁₀₀ igen Alkohols und Äther bestehend, von derselben Temperatur hinzu.

Der entstehende Niederschlag wird unter Verwendung eines Büchner-Trichters mit Hilfe der Saugpumpe schnell abfiltriert, nach Auswaschen

¹⁾ Chem. Ztg. **31**, 348 (1907). — ²⁾ Chem. Ztg. **27**, 248 (1903).