geschieht die Bestimmung der Dichte mit Hilfe des Densimeters. Arbeitet man bei höheren oder niedrigeren Temperaturen, so beträgt die Korrektur für je $1^{\circ} \pm 0,00068$ und bei Graden Bé $\pm 0,05$.

Bei der Ermittlung der freien Schwefelsäure muss auf die Anwesenheit der Äthylschwefelsäure Rücksicht genommen werden. Um einer Verseifung derselben in H_2SO_4 und Alkohol vorzubeugen, werden 5 *ccm* der Probe in einem 100 *ccm* Maßkölbchen unter Eiskühlung mit 50—60 *ccm* H_2O von 15° gemischt und nach dem Einstellen der Temperatur auf 15° auf 100 *ccm* aufgefüllt. 5 *ccm* der Lösung werden in einem durchsichtigen Quarzgläschen mit 15 *ccm* Barytwasser 30 Minuten zentrifugiert, der entstandene Niederschlag nach Dekantation mit 10 *ccm* $\frac{1}{2} \text{HCl}$ versetzt und durchgerührt. Darauf wird wieder 30 Minuten zentrifugiert, der Niederschlag durch Dekantation mit Wasser gewaschen, in dem Quarzglas getrocknet, gegläht und gewogen. $\text{BaSO}_4 \times 0,420 \times 400 = g \text{ H}_2\text{SO}_4$ in 100 *ccm*, durch Division mit der Dichte erhält man $g \text{ H}_2\text{SO}_4$ in 100 *g*.

Die Destillation geschieht unter Verwendung von 500 *ccm* der Probe in einem Literkolben bei $85\text{--}90^{\circ}$. Wegen des niedrigen Siedepunktes des Äthers ist ein stark wirkender Dephlegmator, sowie ein auf -10 bis -15° gekühlter Kondensator nötig. Die Bestandteile des Destillats ergeben sich mit Hilfe der Mischungskurven von Wasser, Alkohol und Äther. Nähere Angaben hierüber sind im Original zu finden.

Den Destillationsrückstand bringt man auf ein Volumen und misst in einem aliquoten Teil desselben mit $\frac{1}{2} \text{NaOH}$ und Helianthin als Indikator die Gesamtsäure, die auf Gewichtsprocente berechnet wird. Die Differenz zwischen dem so erhaltenen Wert und der freien Schwefelsäure zeigt die Menge der an den Ätherrest gebundenen Schwefelsäure an. Durch Multiplikation mit 1,285 resultiert die vorhandene Äthylschwefelsäure.

Die Bestimmung des in dem Gemisch noch vorhandenen Äthers geschieht auf kolorimetrischem Wege mit einem Reagens, das aus 1,2 *g* Natriumammoniumbichromat, 20 *ccm* H_2O und 180 *ccm* HNO_3 (36° Bé) besteht.

In einem Thermostaten mit einer konstanten *t* von 35° wird der Äther aus 25 *ccm* der Probe durch Luftdurchblasen in das 8 *ccm* des Reagenses enthaltende, mit Eis gekühlte Kolorimetergefäß übergeführt und nach vollständigem Ablauf der Reaktion mit gleich behandelten Äthermischungen von bekanntem Gehalt verglichen.

Eine auf diese Weise untersuchte Probe ergab: H_2SO_4 49,23%, Äthylschwefelsäure 8,34%, Alkohol 8,89%, Äther 0,42%, H_2O 33,12%.

Czapski.

Zur Kontrolle der Reinigung des Leuchtgases, sowie zur technischen Bestimmung des Naphtalins hat Lucien Fronsac¹⁾ ein

¹⁾ Rev. gén. de chim. pure et appl. 17, 4; durch Chem. Zentrbl. 85, I, 921 (1914).

Verfahren ausgearbeitet. Er bedient sich hierfür einer gesättigten Pikrinsäurelösung, welche in folgender Weise hergestellt wird. Man behandelt 20 g Pikrinsäure mit 1 l heissen Wassers, lässt auf 15° erkalten und filtriert. In das Filtrat leitet man ammoniakfreies Leuchtgas, bis eine Trübung zu entstehen beginnt, und filtriert von neuem. In die so erhaltene Lösung leitet man das zu prüfende Leuchtgas, das man zuvor mit Citronensäurelösung und Wasser gewaschen hat, ein und ermittelt die Menge des entstandenen Naphtalinpikrats durch Zentrifugieren in mit einer Einteilung versehenem Röhrchen, nachdem man 5 Minuten hat absetzen lassen.

Die Untersuchung wird ausgeführt mit einer aus zwei aufeinander geschliffenen Teilen bestehenden Waschflasche. Der untere Teil ist ein graduiertes Messrohr, der obere ein mit Zu- und Ableitungsrohr versehenes kugelförmig erweitertes Gefäss. Man leitet so lange Gas ein, bis sich das Messrohr mit Naphtalinpikrat gefüllt hat, bläst dann durch das Gasableitungsrohr Luft in die Waschflasche und fängt die nun durch das Gaszuleitungsrohr abfließende Pikrinsäurelösung in einem zweiten graduierten Röhrchen auf. Beide Messröhrchen werden zentrifugiert, dann liest man die Naphtalinpikratmenge ab und rechnet auf Gewicht um. Czapski.

Die Bestimmung von Xylol in Solventnaphtha führen Perzy E. Spielmann und F. L. Jones¹⁾ folgendermaßen aus: Man unterwirft 100 ccm Solventnaphtha der fraktionierten Destillation, wobei ein Youngscher Destillationsaufsatz verwandt wird, und leitet die Destillation so, dass in einer Sekunde ein Tropfen übergeht. Bis 138° destillieren Benzol, Toluol und ein Teil des Xylols über und werden nach Colman²⁾ getrennt. In der zwischen 138 und 170° übergehenden Fraktion wird mit Hilfe des Apparats von Northall-Laurin³⁾ der konstante Siedepunkt ermittelt und danach an Hand der dem Apparat beigegebenen Kurve der Gehalt an Xylol gefunden. Bezüglich der Einzelheiten der Ausführung muss auf die Arbeit selbst verwiesen werden. — Zur Bestimmung des Paraffins im Xylol findet das Verfahren von Wilson und Roberts⁴⁾ Anwendung: man destilliert 100 ccm wie vorher angegeben, fängt die bei 138—143° übergehende Fraktion auf und schüttelt 10—20 ccm von dieser in einem Messgefäss mit der $2\frac{1}{2}$ -fachen Menge rauchender Schwefelsäure (1 Raumteil 22% iges Oleum + 2 Raumteile 95% ige Schwefelsäure) kräftig durch. Sodann lässt man über Nacht stehen, wobei das Paraffin sich in scharf ablesbarer Schicht trennt.

Dobriner.

Zur Analyse von rohen Terpentin- und Holzteerölen benutzt Ivar Klinger⁵⁾ folgendes Verfahren: 150 ccm Rohöl werden der

¹⁾ Journ. Soc. Chem. Ind. **36**, 489 (1917); durch Chem. Zentrbl. **88**, II, 567 (1917). — ²⁾ Journ. Gas Lighting, 1915, S. 314; vergl. auch James, Journ. Soc. Chem. Ind. **35**, 236 (1916). — ³⁾ Analyst **40**, 384 (1915). — ⁴⁾ Journ. Gas Lighting 1916, S. 225; Journ. Soc. Chem. Ind. **35**, 684 (1916). — ⁵⁾ Bihang till Jern-Kontorets Annales **18**, 29 (1917); Deutsche Parfümerieztg. **3**, 107 (1917); durch Chem. Zentrbl. **88**, II, 200 (1917).