

Die maßanalytische Bestimmung von Rotenon liefert nach H. A. Jones¹⁾ ebenso genaue Werte wie die gravimetrische Bestimmung. Beim Auflösen von Rotenon in Dichloressigsäure entsteht eine Anlagerungsverbindung aus je einem Mol beider Stoffe, die durch Wasser quantitativ gefällt wird. Nach ihrer Abtrennung wird sie mit Alkali titriert. Zur Bestimmung des Rotenongehaltes eines Extraktes verfährt man wie folgt: Die in bekannter Weise²⁾ durch Krystallisation bei 0° erhaltenen Krystalle werden abgesaugt und gewaschen. Ohne weiteres Trocknen spült man mit 25 ccm Aceton in einen 250 ccm-Kolben und verdampft vollständig auf dem Dampfbad. Den Rückstand erwärmt man mit 10 ccm 80%iger Dichloressigsäure bis zur Lösung. Dann kühlt man einige Minuten in Eis und setzt unter Rühren langsam 10 ccm kaltes Wasser zu. Nach Zugabe eines Impfkristalles kühlt man weitere 2–3 Min. Sollten sich keine Krystalle abscheiden, so setzt man tropfenweise Wasser zu, bis die Krystallisation beginnt. Dann werden noch 25 ccm Wasser zugefügt, wobei man nach Zugabe von je 10–15 Tropfen 1 Min. kühlt. Weitere 25 ccm setzt man tropfenweise zu und kühlt abermals. Nach etwas rascherer Zugabe von 50 ccm Wasser und Kühlen ist die Fällung vollständig. Der Niederschlag wird in einem Goochtiiegel auf Filtrierpapier abgesaugt und mit 250 ccm Wasser gewaschen. Der Tiegel wird in ein Becherglas gestellt und mit 25 ccm Chloroform übergössen. Nach Zugabe von 50 ccm frisch ausgekochtem Wasser wird unter Schütteln mit 0,1 n-Alkali gegen Phenolphthalein titriert. Jedes Kubikzentimeter entspricht 39,4 mg Rotenon. Etwa zugesetztes Rotenon zieht man ab und zählt zum Resultat 70 mg für die Löslichkeit des Rotenons in 25 ccm Tetrachlorkohlenstoff bei 0° hinzu. Es empfiehlt sich, eine Leerprobe mit dem angewendeten Chloroform zu machen.

Der beschriebene Vorgang der Fällung muß genau eingehalten werden, da sonst eine amorphe, hartnäckig Säure festhaltende Fällung entsteht. Die Impfkristalle erhält man durch Lösen von reinem Rotenon in 80%iger Dichloressigsäure und langsame Wasserzugabe. Ein besonderer Vorteil der Methode liegt darin, daß neutrales unlösliches Material nicht stört. So stört der in insekticiden Mitteln häufig enthaltene Schwefel in keiner Weise. Trotz mehrfacher Versuche gelang es nicht, das Rotenon mit Dichloressigsäure aus der Probe zu ziehen, mit Wasser zu fällen und direkt zu bestimmen, denn die dabei entstehenden Niederschläge sind schwer abzufiltrieren und nicht auszuwaschen.

P. Kainrath.

IV. Spezielle analytische Methoden.

2. Auf Handel, Industrie und Landwirtschaft bezügliche.

Von

A. Eichler. L. Hänel.

Technische Öle. Die Bestimmung des Schlammes in gebrauchten oder oxydierten Motorölen ist die Aufgabe, die sich C. G. Lude-

¹⁾ Ind. Eng. Chem. Analytical Edition **10**, 684 (1938). — ²⁾ H. A. Jones und J. J. T. Graham, Journ. Ass. Off. Agr. Chem. **21**, 148 (1938).