

Normering af og Kontrolanalyse paa Frugtrækarbolineum.

Af J. L. Schnicker.

Sammenhængen mellem den kemiske Sammensætning af en Frugtrækarbolineum og dennes Virkning i Marken er endnu for ufuldstændig kendt til, at man af en kemisk Analyse alene kan afgøre, om den ene Vare vil være mere virksom end den anden. Derimod er man ved en kemisk Analyse i Stand til at afgøre, om en Frugtrækarbolineum i det hele taget har en saadan Sammensætning, at den maa anses for at være egnet som Bekæmpelsesmiddel, om en og samme Frugtrækarbolineum fra Aar til Aar holder samme Sammensætning og frem for alt, om den udleverede Vare er den, Kunden har forlangt, eller om der er udleveret en anden Vare eller foreligger en Forfalskning.

Ved Bedømmelse af, om en Frugtrækarbolineum maa anses for at være egnet til Formaalet, lægger Biologische Reichsanstalt für Land- und Forstwirtschaft, Berlin, følgende Normer til Grund.

Normering.

1. Frugtrækarbolineum skal være af homogen flydende Beskaffenhed og maa hverken vise Lagdeling eller Udskillelse af Bundfald.
2. En 10–15 pCt.-holdig Emulsion af Frugtrækarbolineum, fremstillet med destilleret Vand, maa efter rolig Henstand i 72 Timer i en vel tillukket Beholder ikke vise nogen Udskillelse af Olielag.
3. Frugtrækarbolineum skal indeholde mindst 60 pCt. Stenkulsolie, hvoraf mindst 20 pCt. skal destillere ved en Temperatur over 270° C.
4. Restindholdet maa, forsaavidt det ikke bestaar af Kulbrinter af den angivne Beskaffenhed, kun indeholde Stoffer, hvis Uskadelighed er bekendt.
5. Frugtrækarbolineum maa ikke indeholde mere end 15 pCt. sure Bestanddele (især Fenoler) og ikke mere end 4 pCt. Baser (Pyridin, Kinolin).

Punkt 2 undersøges paa følgende Maade: 15 g Frugtrækarbolineum afvejes i en Erlenmeyerkolbe, blandes først omhyggeligt med 15 cm³ destilleret Vand, derpaa med 20 cm³ og til Slut tilsættes 100 cm³ paa

een Gang. Efter omhyggelig Omrystning hældes Emulsionen op i et smalt 100 cm³ Cylinderglas, saaledes at Glasset er omtrent fuldt, hvorpaa det lukkes med en tilslebet Glasprop. Efter rolig Henstand i 72 Timer iagttages Emulsionen.

Punkterne 3 og 5 behandles under Kontrolanalyse.

Kontrolanalyse.

Frugttrækarbolineum forsynes med Analyseetiket, paa hvilken angives:

- pCt. Kulbrinter,
- › Fenoler,
- › Tjærebaser,
- › vandfrit Emulgeringsmiddel,
- › Vand.

Rigtigheden af Angivelserne kontrolleres paa følgende Maade:

Vand.

50 g Frugttrækarbolineum og 50 g vandmættet Xylol blandes i et Xylol-Vandbestemmelsesapparat, som er forsynet med Tilbageløbsrør, Vandkøler og et inddelt Glasrør, paa hvilket Vandmængden direkte kan aflæses. Ved Destillation samler der sig i Glasrøret to Vædske-lag, som er skarpt adskilte, det øverste bestaaende af organiske Bestanddele, det nederste af Vandet. Den dobbelte Mængde af Aflæsningen angiver det procentiske Vandindhold i Prøven.

Kulbrinter, Tjærebaser, Fenoler.

a) Kulbrinter. 50 g Frugttrækarbolineum, 60 cm³ 10 pCt. Kaliumhydroxydopløsning og 125 cm³ Vand rystes kraftigt 2 Minutter i en Skilletragt. Blandingen udrystes kraftigt 3 Gange med henholdsvis 300—100 og 100 cm³ Æther og henstilles, til de to Lag har adskilt sig helt, hvorpaa det nederste vandige Lag bringes over i en anden Skilletragt. Ætheren udvaskes ved kraftig Udrystning med 50 cm³ Vand, som sættes til det øvrige vandige Lag. (Vil det vandige og ætheriske Lag ikke adskilles inden for en rimelig Tid, maa der til Udrystningen anvendes en større Æthermængde.)

Ætheren, indeholdende Kulbrinter og organiske Baser, udrystes 3 Gange med Overskud af 4 pCt. Saltsyre (sædvanligvis er henholdsvis 50—25 og 25 cm³ tilstrækkelig), og til Slut med 25 cm³ Vand, som føjes til det saltsyreholdige Lag.

Ætheren bringes over i en Erlenmeyerkolbe og rystes godt med 30 g udglødet, afkølet Natriumsulfat, hensættes Natten over og filtreres gennem Foldefilter, hvorpaa Filtret udvaskes med vandfrit Æther og Ætheren afdestilleres. Naar største Delen af Ætheren er afdestilleret, bringes Resten over i en med faa Stykker Pimpsten tareret, tør 200 cm³ Erlenmeyerkolbe, og der destilleres videre, idet Kolben nu og da rystes, til der ikke mere overdestillerer Æther. Kolben henstilles i Tørrekasse ved 100° i 2 Timer, afkøles i Ekssikator og vejes. Den

dobbelte Vægtforøgelse af Kolben angiver det procentiske Indhold af Kulbrinter i Prøven.

b) Organiske Baser. Saltsyreudtrækket fra Udrystningen af Ætheropløsningen med 4 pCt. Saltsyre gøres alkalisk med 25 cm³ Natronlud (*Kjeldahl*) og udrystes 3 Gange med henholdsvis 50—25 og 25 cm³ Æther. De organiske Baser gaar da over i Ætherlaget, som fraskilles og tørres Natten over med 10 g udglødet, afkølet Natriumsulfat, filtreres derpaa gennem Foldefilter, som udvaskes med vandfrit Æther, og Ætheren afdestilleres i en med faa Stykker Pimpsten tareret, tør 200 cm³ Erlenmeyerkolbe ved en Temperatur, som ikke maa overstige 60° C. Naar saa meget af Ætheren er overdestilleret, at der ikke gaar mere Æther over, og der ikke længere viser sig Kogebobler i Vædsken, tørres Kolben en halv Time i Tørrekasse ved 60°. Kolben afkøles i Ekssikkator og vejes. Den dobbelte Vægtforøgelse angiver Prøvens procentiske Indhold af Tjærebasen.

c) Sure Bestanddele (Fenoler). Den alkaliske Opløsning fra a indeholder Alkalisalte af Fenoler, Fedt og Harpikssyrer. Den i Opløsningen værende Æther fjernes ved Opvarmning i en rummelig Beholder, idet man maa passe paa Skumning paa Grund af Sæbeindhold. Opløsningen tilsættes efter Afkøling Overskud af en Baryumkloridopløsning (sædvanligvis vil 100 cm³ 10 pCt. Baryumklorid være tilstrækkelig), hvorved Baryumsaltene af Fedt- og Harpikssyrer udfældes. Baryumsaltene filtreres fra paa Foldefilter, som udvaskes med lidt fortyndet Baryumkloridopløsning. Filtratet overmættes med Saltsyre og Opløsningen, som nu indeholder de fri Fenoler, udrystes i Skilletragt med henholdsvis 100—50 og 50 cm³ Æther. Ætheren fraskilles, tørres Natten over med 20 g udglødet, afkølet Natriumsulfat, filtreres derpaa gennem Foldefilter og Filtret udvaskes med vandfrit Æther, som føjes til den øvrige Æthermængde. Ætheren afdestilleres, og naar en passende Mængde er afdestilleret, overføres Resten til en med faa Stykker Pimpsten tareret, tør 200 cm³ Erlenmeyerkolbe, hvorpaa der destilleres videre ved ca. 60° C., indtil der ikke afdestillerer mere Æther. Kolben tørres i Tørrekasse ved 60° C. i 2 Timer, afkøles i Ekssikkator og vejes. Den dobbelte Vægtforøgelse angiver Prøvens procentiske Indhold af Fenoler.

Fraktionering.

Baser + Fenoler + Kulbrinter overføres ved Hjælp af Æther til en tareret 100 cm³ normal Engler Refraktionskolbe. Ætheren afdestilleres og Kolben vejes efter Afkøling. Der destilleres derpaa langsomt, og naar Temperaturen gaar over 270° C., afbrydes Destillationen. Kolben og Destillatet vejes.