PSZCZELNICZE ZESZYTY NAUKOWE
ROK I. NR 3 GRUDZIEŃ 1957

ILOŚCIOWA METODA OZNACZANIA ZAFAŁSZOWAŃ WOSKU PSZCZELEGO PARAFINĄ I CEREZYNĄ

Jan Curyło i Witold Zalewski

Zakład Pszczelnictwa I.S.

WPROWADZENIE

Wosk pszczeli jest wartościowym surowcem nie tylko dla pszczelnictwa lecz także dla wielu gałęzi gospodarki narodowej. Zapotrzebowanie na niego przez szybko rozwijający się przemysł stale wzrasta, a niedostateczne jeszcze zorganizowanie spółdzielczych punktów skupu i przerobu surowca woskowego powoduje duże straty wosku, bo zmusza pszczelarzy do przerabiania suszu we własnym zakresie, na różnych, często bardzo prymitywnych urządzeniach. Powstały niedobór wosku pszczelego pokrywa się importem a cena jego na rynku wewnętrznym jest bardzo wysoka. W związku z tym występują częste fałszowania wosku pszczelego parafiną i cerazyną, materiałami znacznie od niego tańszymi. Zachodzi więc pilna potrzeba opracowania metody wykrywania tych zafałszowań.

PRZEGLĄD LITERATURY I CEL PRACY

Próby stwierdzenia i oznaczania zafałszowań wosku parafiną i cerezyną były podejmowane przez różnych badaczy. Jedna z najstarszych i dotychczas jeszcze powszechnie używanych prób została podana przez Weinwurma (9) a uzupełniona przez Henriquesa (4). Próba ta jest oparta na spostrzeżeniu, że woskowe mydła rozpuszczają się w glicerynie, natomiast dodatek do wosku więcej niż 5% parafiny lub cerezyny powoduje zmętnienie roztworu lub wytworzenie się osadu.

Elser (4) opracował metodę termicznej analizy wosku, korzystając z różnej zdolności rozpuszczania się jego składników w benzenie w temperaturze 30° i 20°. Wydzielone frakcje mają różne temperatury topnienia, na podstawie których można wysnuć wnioski o rodzaju i stopniu zafałszowania. Metoda ta jest jednak czasochłonna i mało dokładna.

Vinzern i Giullot (8) opracowali metodę oznaczania zafałszowania wosku parafiną lub cerezyną przez ważenie węglowodorów, wyekstrahowanych eterem naftowym ze zmydlonego wosku.

W metodzie zalecanej przez Tiemnowa (7) można wnioskować o ilości parafin dodanych do wosku przez obserwację stopnia zmętnienia zmy-

dlonej próbki. W innym wariancie badacz ten proponuje użycie 3-ch standardowych wodnych roztworów spirytusu posiadających różną gęstość. Przez obserwacje zachowania się kawałeczka wosku wprowadzanego kolejno do tych roztworów można wnioskować o jego jakości, gdyż woski fałszowane parafiną mają tym mniejszą gęstość im więcej jej zawierają.

Wszystkie te metody są stosunkowo mało dokładne a niektóre z nich bardzo czasochłonne.

Celem naszym było opracowanie metody ilościowego oznaczania zafałszowań wosku pszczelego parafiną lub cerezyną przez wykorzystanie różnic adsorbcji na żelu krzemionkowym między węglowodorami a pozostałymi składnikami wosku.

Pełny przegląd literatury dotyczącej oznaczania naturalnych węglowodorów wosku pszczelego został podany w poprzedniej naszej pracy (3).

METODY PRACY

1. SPOSOBY PRZEPROWADZENIA BADAŃ

Chromatograficznego rozdziału próbek wosku, parafiny i cerezyny dokonano na kolumnie przedstawionej na rys. 1. Kolumna była wypełniona 5 g aktywowanego żelu krzemionkowego (50 : 100). Żel aktywowano w ten sposób, że 5-ciokrotnie gotowano go po 5 minut każdorazowo z 10-ciokrotną ilością 1/10 n HCl. Po każdym gotowaniu dekantowano kwas, a po ostatniej dekantacji przemywano żel wodą destylowaną aż do zaniku reakcji na Cl^- z Ag^+. Przemyty żel suszono przez 5 godzin w temp. 180—200°.

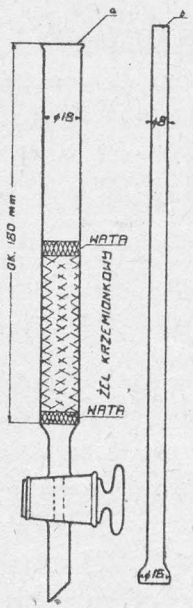
Rozdziałowi chromatograficznemu poddano parafinę handlową ($d\,\frac{20°}{20°}$ 0,9058; t. t. 57,6°) cerezynę handlową ($d\,\frac{20°}{20°}$ 0,9139; t. t. 68,8°) oraz wosk pszczeli czysty i zafałszowany parafiną lub cerezyną w ilościach: 5%, 10%, 15%, 25% i 50%.

Do rozdziału parafiny względnie cerezyny przygotowywano roztwory przez rozpuszczenie 15 mg tych substancji w 25 ml ciepłej benzyny (frakcja o t.w. 60—80°). Natomiast do rozdziału mieszanin stosowano we wszystkich oznaczeniach 100 mg-owe próbki.

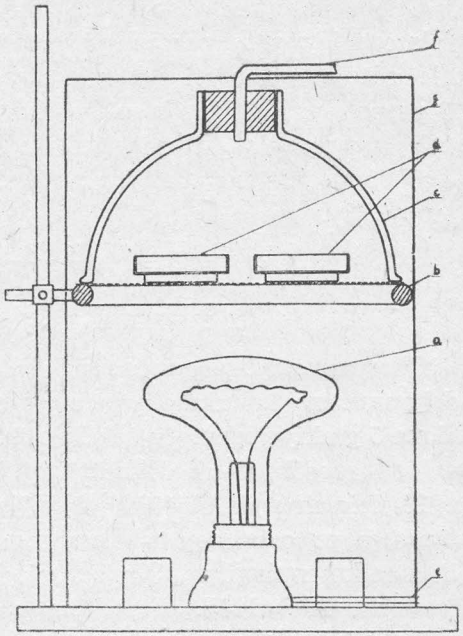
Kolumnę przemywano benzyną i zbierano eluat we frakcjach 5-cio mililitrowych. Każdą frakcję odparowywano w naczyniu starowanym i ważono suchą pozostałość zawierającą węglowodory. Dla każdego oznaczenia wykonywano 3 powtórzenia i z wyników obliczano średnią. Do prób używano wosku wytopionego z naturalnych nieczerwionych plastrów, pochodzących z pasieki K. Bojarczuka z Lubelskiego. Wosk ten zawierał 13,6% węglowodorów.

II. INSTRUKCJA OZNACZANIA ILOŚCIOWEGO ZAFAŁSZOWANIA WOSKU PSZCZELEGO PARAFINĄ LUB CEREZYNĄ

a) PRZYGOTOWANIE ADSORBENTA. 100—150 g handlowego żelu krzemionkowego (50 : 100) gotuje się w 5 l kolbie okrągłodennej z 10-ciokrotną ilości 0,1 n kwasu solnego przez 5 minut. Żel należy energicznie mieszać, gdyż łatwo osiada na dnie kolby, tam się przegrzewa i „strzela". Można go mieszać bagietką, ale lepiej jest użyć do tego celu szklanego mieszadła napędzanego motorkiem elektrycznym.



Rys. 1 — a) Kolumna chromatograficzna; b) tłoczek szklany.



Rys. 2 — Łaźnia powietrzna z promiennikiem podczerwieni: „a" promiennik podczerwieni; „b" kółko z siatką; „c" pokrywa eksykatora Rupp'a; „d" płytki Petrie'go; „e" przewód elektryczny; „f" odprowadzenie do pompy próżniowej; „g" osłona blaszana.

Następnie zlewa się ciecz z nad osadu i osad gotuje ponownie z 10-ciokrotną ilością 0,1 n HCl. W sumie czynność gotowania i dekantacji powtarza się 5-ciokrotnie. Po zlaniu ostatniej cieczy osad przemywa się destylowaną wodą dotąd, aż próbka cieczy wzięta do probówki nie będzie dawała zmętnienia z kroplą 0,5% wodnego roztworu azotanu srebra. Żel zbiera się wtedy na lejku Büchner'a, odciąga z niego wodę i suszy się go w parowniczce porcelanowej przez 5 godzin w suszarce nastawionej na temperaturę 180—200°. Po tym czasie chłodzi się żel w eksykatorze i przechowuje go w butelkach szczelnie zamykanych korkami gumowymi, aby nie wchłaniał wilgoci.

Trzeba z naciskiem podkreślić, że żel musi być aktywowany dokładnie wg. tego przepisu i musi być przechowywany pod dobrym zamknięciem, gdyż niedokładnie zaktywowany lub zawodniony żel ma inne własności sorbcyjne i nie nadaje się do analizy, ponieważ prócz węglowodorów może przepuszczać do przesączu także inne składniki woskowe.

b) PRZYGOTOWANIE ROZPUSZCZALNIKA. Benzynę apteczną rozdestylowuje się zbierając przedgon do temperatury wrzenia 60°, następnie frakcję wrzącą w temperaturach 60—80°; w kolbie pozostaje niedogon. Do analizy używa sią frakcji wrzącej w temperaturach 60—80°.

c) PRZYGOTOWANIE KOLUMNY CHROMATOGRAFICZNEJ. Dno kolumny szklanej (rys. 1a) zatyka się małym zwitkiem waty. Przy zamkniętym kranie*) nalewa się do kolumny benzyny, do wysokości sięgającej do jej połowy. Następnie wprowadza się do niej szklany tłoczek (rys. 1b) i uciska nim watę tak, aby z niej wycisnąć powietrze zaadsorbowane na włóknach. Celem usunięcia powietrza zebranego poniżej krążka waty otwiera się na chwilę kran tak, aby benzyna wypełniła całą dolną część kolumny a poziom jej nie opadł poniżej krążka waty.

Następnie wyjmuje się z kolumny tłoczek dolewa do niej benzyny i wsypuje się ok. 1 g aktywowanego żelu. Żel ten miesza się energicznie z benzyną, posługując się tłoczkiem, aż do uzyskania jednorodnej mieszaniny, jednakowo przeźroczystej, bez jaśniejszych smug. Przy takim postępowaniu, zaadsorbowane na ziarenkach żelu powietrze powinno się ulotnić w formie drobniutkich pęcherzyków. Następnie pozostawia się mieszaninę, przez parę sekund w spokoju, aż żel opadnie na dno kolumny i osadzi się na krążku waty; wtedy tłoczkiem dociska się go dokładnie, aby uzyskać jednolitą warstwę. Do kolumny wsypuje się ponownie ok. 1 g żelu i jeżeli potrzeba dolewa się benzyny, powtarzając proces mieszania i ubijania drugiej warstwy przy pomocy tłoczka. Czynność tę powtarza się jeszcze trzykrotnie tak, aby zużyć 5 g aktywowanego żelu i uzyskać jednolite wypełnienie kolumny, a nad nim co najmniej pięcio-centymetrową warstwę benzyny. W tę warstwę benzyny zanurza się mały zwitek waty w taki sposób, aby

---

* Kran nie może być smarowany wazeliną, gdyż ta rozpuszczałaby się w benzynie i dawała błędny wynik analizy. Jako smaru można użyć:

1) gliceryny samej lub zmieszanej z dekstryną np. 25—30 g dextrinum purissimum+35 g gliceryny dobrze rozetrzeć, dwa razy zagotować przesączyć przez watę i przechowywać pod dobrym zamknięciem, gdyż smar ten jest bardzo hygroskopijny.

2) grafitu. Korek naciera się dokładnie ołówkiem miękkim np. nr 2. W pracy tej używano smaru: „Fettfreis Schmirmittel zähl", f-my Merck'a wymieszanego z gliceryną w stosunku 1:1.

nie dotykał słupa ubitego żelu i zwitek ten ugniata się pręcikiem szklanym do ścian kolumny dotąd, dopóki nie wyciśnie się z niego całkowicie powietrza. Wtedy wprowadza się do kolumny tłoczek i dociska nim odpowietrzony zwitek waty do wierzchu słupka żelu.

Tak przygotowana kolumna jest w zasadzie gotowa do wykonania na niej analizy. Chcąc się jednak upewnić, czy powietrze zostało z niej całkowicie usunięte, trzeba przez nią przepuścić pewną ilość benzyny (20—40 ml). Jeżeli podczas tego przepływu pokażą się w warstwie żelu smugi z drobniutkich banieczek powietrza, to trzeba je usunąć przez przemywanie kolumny benzyną aż do ich zniknięcia. Przy przemywaniu kolumny należy uważać, aby poziom benzyny w kolumnie był stale wyżej górnego krążka waty, gdyż w przeciwnym razie kolumna zaraz się zapowietrzy i będzie wymagała długotrwałego przemywania benzyną aż do całkowitego wymycia z niej powietrza. Zapowietrzona kolumna nie nadaje się do wykonania analizy. Przy odpowiedniej wprawie czas potrzebny do przygotowania kolumny nie przekracza 15 minut.

d) WYKONANIE OZNACZENIA. 0,1—0,12 g badanego wosku wpuszcza się do kolbki miarowej o pojemności 50—100 ml i zalewa się 20 ml benzyny (frakcja 60—80 °). Kolbkę trzyma się przez parę minut w gorącej wodzie, wstrząsając nią od czasu do czasu, aż do całkowitego rozpuszczenia się wosku w benzynie. Równocześnie przygotowuje się w probówce 30 ml benzyny i umieszcza ją obok kolumny, aby była gotowa do przemywania. Następnie otwiera się kran, obniża poziom benzyny w kolumnie do wysokości 0,5 cm ponad górny zwitek waty i wtedy się kran zamyka. Potem nalewa się do kolumny ciepły benzynowy roztwór badanego wosku, otwiera się kran i zbiera wypływający eluat do wytarowanej płytki Petrie'go o średnicy 8—10 cm. Płytki należy przed analizą wysuszyć w termostacie w 100° w ciągu 0,5 godz., ostudzić w eksykotorze i zważyć. W miarę wypływu eluatu dolewa się do kolumny dalsze porcje benzynowego roztworu. Po wypróżnieniu kolbki przemywa się ją ok. 5 ml benzyny przygotowanej uprzednio w probówce i roztwór ten wprowadza się do kolumny.

Kiedy poziom roztworu w kolumnie osiągnie wysokość 0,5 cm powyżej górnego zwitka waty, zamyka się na chwilę kran i nalewa do kolumny benzynę. Następnie otwiera się kran i w dalszym ciągu zbiera eluat do płytki Petrie'go. W miarę ubywania benzyny w kolumnie dolewa się jej z probówki dotąd, aż zużyje się całą porcję, tj. 30 ml. Gdy poziom benzyny wyniesie 0,5 cm powyżej górnego zwitka waty, proces rozdziału jest skończony. Teraz zamyka się kran i zebrany w płytce Petrie'go roztwór należy odparować. Można to zrobić na łaźni wodnej ogrzewanej elektrycznością (ostrożnie z ogniem) i pozo-

stałość wysuszyć w temp. 105°w suszarce w ciągu 20 min. a po ostygnięciu w eksykatorze, zważyć. Lepszym jednak sposobem odparowania benzyny jest łaźnia powietrza z promiennikiem podczerwieni.

e) URZĄDZENIE ŁAŹNI POWIETRZNEJ Z PROMIENNIKIEM PODCZERWIENI (rys. 2). Zasadniczą częścią urządzenia jest promiennik podczerwieni, tj. elektryczna lampa grzejna, która wysyła promienie cieplne ogrzewające siatkę położoną na metalowym kółku zamocowanym w statywie. Na siatce umieszcza się metalowe pierścienie ϕ 5 i wysokości 0,5 cm, a na nich stawia się płytki Petrie'go z roztworami węglowodorów wyeluowanych z kolumny chromatograficznej. Płytki te przykrywa się dzwonem zakończonym tubusem (np. wierzchnia część eksykatora Rupp'a). W tubusie umieszcza się korek z rurką na którą nakłada się rurkę gumową prowadzącą do wyciągu pompy wodnej.

Pod pływem ciepła wysyłanego przez promiennik benzyna paruje, a pary te są wyciągane przez pompę wodną razem z prądem powietrza. Dzięki temu usuwa się niebezpieczeństwo pożaru i ewentualnych zatruć parami benzyny personelu laboratoryjnego. Odległość siatki od promiennika należy tak ustawić, aby benzyna na płytkach parowała, ale nie wrzała. Urządzenie z promiennikiem podczerwieni powinno być otoczone osłoną, wykluczającą ujemny wpływ bezpośredniego działania promieni promiennika na otoczenie.

Odparowanie próbek w łaźni powietrznej z promiennikiem podczerwieni trwa ca 40 minut. Jest ono ukończone wtedy, gdy zanika w nich zapach benzyny. Następnie wyjmuje się płytki z łaźni, studzi je przez 20 minut w eksykatorze i waży.

Dla każdej próby wykonuje się dwa oznaczenia i z nich oblicza średnią. Dla każdego oznaczenia trzeba każdorazowo przygotowywać kolumnę chromatograficzną od nowa.

f) Obliczanie wyników.

$$W = \frac{(B-T) \cdot 100}{C} \%$$

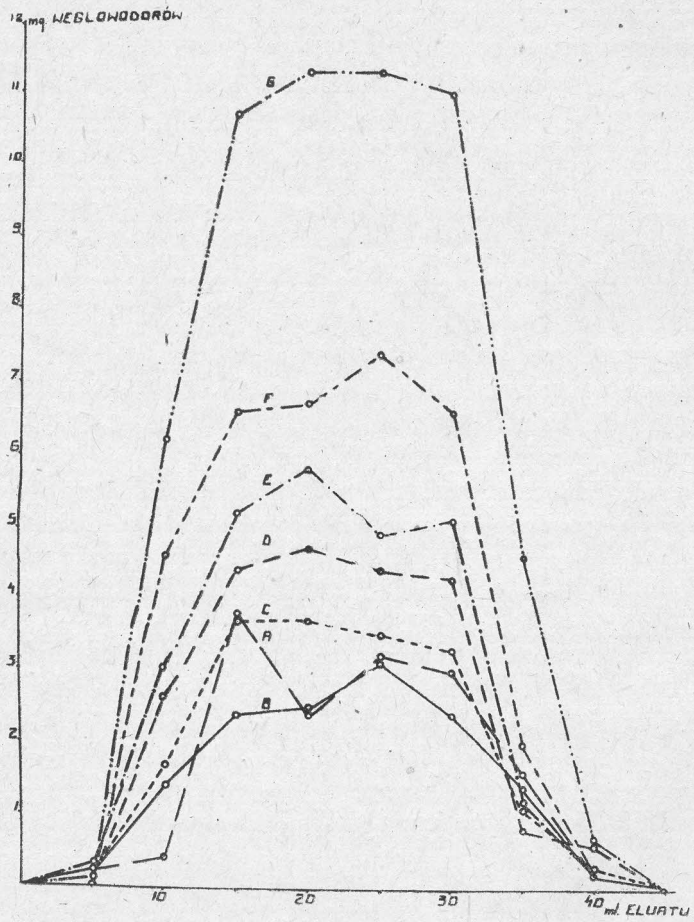
$$Z = (W - 16{,}5)\%$$

W = ilość węglowodorów w badanym wosku
B = waga płytki Petrie'go z osadem
T = waga płytki Petrie'go
C = waga próbki
Z = wielkość zafałszowania wosku parafinami

W przypadku, gdy W wynosi mniej niż 16,5%, wosk nie jest zafałszowany parafinami. Czas potrzebny do wykonania analizy wynosi maksimum 2,5 godz.

ANALIZA WYNIKÓW

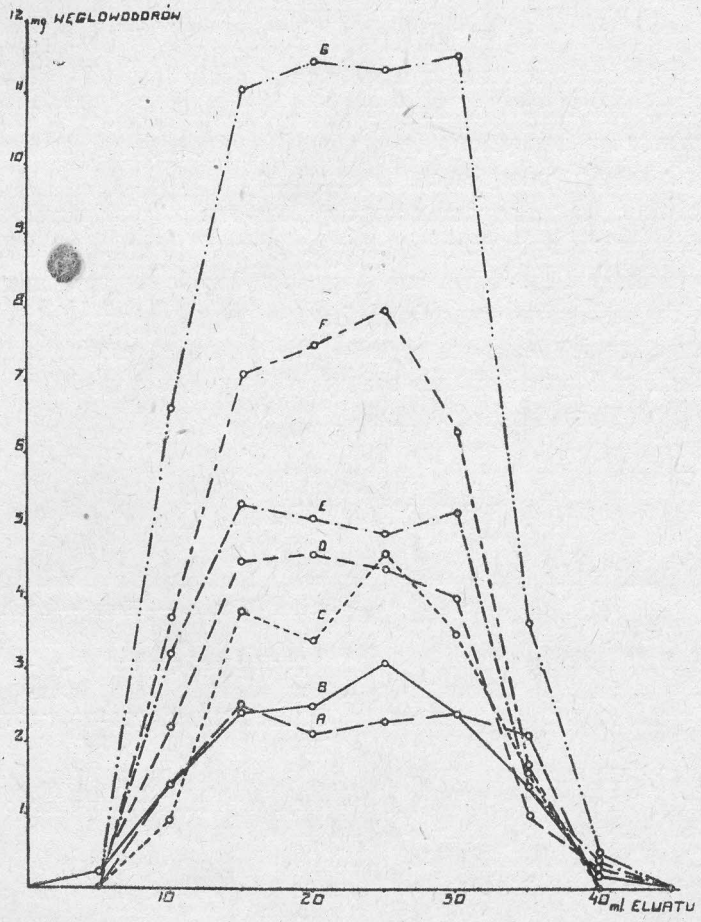
Wykres 1 przedstawia chromatogramy parafiny, węglowodorów wosku pszczelego i mieszanin porafiny z woskiem, a wykres 2 chromatogramy uzyskane z prób z cerezyną. Z obu wykresów widać, że przy użyciu 100mg-owych próbek całkowita ilość węglowodorów przechodzi przez kolumnę w 45 ml eluatu. Dalsze dwie frakcje zawierały tylko czystą benzynę, co było dowodem, że nastąpił całkowity rozdział węglowodorów od innych składników woskowych.



Wykres 1 — Chromatogramy parafiny, węglowodorów wosku pszczelego i jego mieszanin z parafiną. A — parafina; B — wosk pszczeli; C — wosk z 5% dodatkiem parafiny; D — wosk z 10% dodatkiem parafiny; E — wosk z 15% dodatkiem parafiny; F — wosk z 25% dodatkiem parafiny; G — wosk z 50% dodatkiem parafiny.

W tab. 1 przedstawiono wyniki oznaczeń i wyznaczenie dokładności metody. Średni błąd z 99%-owym prawdopodobieństwem nie przekracza interwału 2,38 ± 0,99%. Trzeba zaznaczyć, że błąd ten jest znacznie mniejszy w przypadku gdy zbiera się odrazu 45 ml eluatu a nie rozdrabnia go na dziewięć 5-cio mililitrowych frakcji, jak to miało miejsce w powyższych badaniach.

W oparciu o wyniki poprzedniej pracy (3), w której uzasadniono możliwość przyjęcia 16,5% jako normy maksymalnej zawartości węglowodorów w krajowym wosku pszczelim, można stwierdzić, że znaleziona w analizie wosku większa ilość węglowodorów niż 16,5% będzie



Wykres 2 — Chromatogramy cerezyny, węglowodorów wosku pszczelego i jego mieszanin z cerezyną. A — cerezyna; B — wosk pszczeli; C — wosk z 5% dodatkiem cerezyny; D — wosk z 10% dodatkiem cerezyny; E — wosk z 15% dodatkiem cerezyny; F — wosk z 25% dodatkiem cerezyny; G — wosk z 50% dodatkiem cerezyny.

dowodem, że wosk ten został zafałszowany parafiną lub cerezyną. Wosk taki może być użyty tylko do odpowiednich celów przemysłowych, lecz w żadnym wypadku nie powinien być zastosowany do wyrobu węzy. Takie postępowanie ochroni krajowy wosk przed zmianą składu chemicznego odnośnie zawartości węglowodorów. Wosk importowany powinien być badany, a jeżeliby zawierał więcej niż 16,5% węglowodorów, nie powinien być stosowany do wyrobu węzy.

Na podstawie wyników tej dyskusji można zalecić metodę II do oznaczania zafałszowania wosku pszczelego parafinami.

WNIOSKI

Z pracy tej można wysnuć następujące wnioski:

b) Parafina handlowa i cerezyna (t.w. 60—80°) nie są adsorbowane z roztworów benzynowych przez aktywowany żel krzemionkowy, podobnie jak węglowodory wosku pszczelego.

b) Właściwość ta jest podstawą do ilościowego oznaczenia zafałszowania wosku pszczelego parafiną lub cerezyną przy założeniu, że dopuszczalna maksymalna zawartość węglowodorów w normalnym krajowym wosku pszczelim wynosi 16,5%.

c) Sumaryczny średni błąd opracowanej metody procentowego oznaczenia zafałszowań parafiną lub cerezyną dla prób z woskiem o zawartości 13,6% węglowodorów wynosi 2,38 ± 0,99%.

LITERATURA

1. Benedikt J., Ulzer F. — Analyse der Fette und Wachsarten. Julius Springer, Berlin (1903).

2. Bömer A., Juckenack A. — Tillmans J., — Handbuch der Lebensmittel — Chemie B. IV. Julius Springer Berlin (1939).

3. Curyło J., Zalewski W. — Charakterystyka krajowego wosku pszczelego z naturalnych nieczerwionych plastrów oraz charakterystyka węglowodorów wydzielonych z niego przy pomocy chromatografii. Pszczel. Zesz. Nauk. 1, 105—117 (1957).

4. Elser E. — Untersuchung und Beurteilung des Bienenwachses. Archiv. f. Bienenkunde 8, 177—198 (1927).

5. Fischer E. — Laboratoriumsbuch für die Untersuchung Technischer Wachs — Harz — und Ölgemenge. W. Knapp. Halle 1945 r.

6. Henriques R. — Über die Untersuchung von Bienenwachs Z. f. Öffentl. Ch. 3, 274—76 (1897). C. 1897 II. 647.

7. Tiemnow W. A. — Falsyfikacje woska. Pczełowodctwo Zesz. 12, 34—36 (1938).

8. Vinzern, Giullot — Determination of paraffin or ceresin in beeswax. Chimie Industrie Special Nr 932—4 (1934), Chem. Abstr. 28, 6008 (1934).

9. Weinwurm — Über die Untersuchung von Bienenwachs. Chem. Ztg. 21, 519—20 (1897). C. 1897. II. 392.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФАЛЬСИФИКАЦИИ ПЧЕЛИНОГО ВОСКА ПАРАФИНОМ И ЦЕРЕЗИНОМ

Я. Цурыло и В. Залевски

Резюме

В этой работе произведено хроматографическое разделение парафина ($d\frac{20}{20}$ 0,9058; т. пл. 57,6°), церезина ($d\frac{20}{20}$ 0,9139; т. пл. 68,8°). и их смесей с пчелиным воском. В качестве растворителя использовано бензин с т. кип. 60—80°. Констатировано, что парафин и церезин, также, как углеводороды пчелиного воска, не адсорбируются селикагелем. На этом основании разработано количественный метод определения фальсификации пчелиного воска парафинами, исходя при этом из положения, что максимальное допустимое количество углеводородов в польском пчелином воске равно 16,5%.

Способ анализа. 100—120 мг. исследуемого воска растворяют в 20 мг. бензина, в измерителной колбочке емкости 50—100 мл, при слабом нагревание на водяной бане. Этот раствор разделяется на хроматографической колонне (рис. I) наполненной 5 г активизированного селикагеля.

Селикагель активизируют следующим способом:

а) Кипятят 5 раз по 5 минут с десятикратным количеством 0,1 н HCl.

б) 5 раз декантируют раствор.

в) Промывают селикагель дистилированной водой до исчезновения реакции Cl — с Ag+.

г) Сушат в течение 5 часов при т-ре 180—200°C.

Активизированный селикагель хранят тщательно закупоренным. Колонну промывают 30 мл бензина т. кип. 60—80° и собирают элюирущую жидкост (45 мл) в тарированную чашку Петри диаметром 8—10 см. Выпаривают раствор в воздушной бане (рис. 2) и взвешивают чашку. Содержание углеводородов исчисляют по формуле: $W = \frac{(B - T)\,100}{C}\,\%$

W = количество углеводородов в исследуемом воске, B = вес чашки Петри е осадком, T = вес чашки Петри, C = вес исследуемого образца.

Если принять, что W > 16,5, тогда процент примеси парафинов к пчелинному воску исчисляется по формуле: Z = (W — 16,5%). Средняя ошибка такого исчисленя при исследовании пчелиного воска содержащего 13,6% углеводородов была равна 2,38 ± 0,99%.

На проведение анализа требуется не более $2^1/_2$ часов.

DIE QUANTITATIVE BESTIMMUNGSMETHODE VON VERFÄLSCHUNGEN DES BIENENWACHSES MIT PARAFFIN U. ZERESIN

J. Curyło und W. Zalewski

Zusammenfassung

In dieser Versuchsarbeit gelang es, auf chromatographischem Wege das Paraffin ($d\frac{20}{20}$ 0,9058; Schmp. 57,6°) das Zeresin ($d\frac{20}{20}$ 0,9139; Schmp. 68,8°) sowie ihre Mischungen aus dem Bienenwachs auszu-

scheiden. Als Lösungsmittel wurde Benzin (Sdp. 60—80°) verwendet. Es wurde festgestellt, dass Paraffin und Zeresin, ebenso wie Kohlenwasserstoffe des Bienenwachses durch das Silicagel nicht absorbiert werden. Auf Grund dieser Feststellung wurde die quantitative Bestimmungsmethode von Verfälschungen des polnischen Bienenwachses mit Paraffin ausgearbeitet, wobei die höchst zulässige Inhaltsmenge an Kohlenwasserstoffen des polnischen Bienenwachses mit 16,5% angenommen wurde.

Durchführungsweise der Analyse

100—120 mg des zu prüfenden Wachses löst man in einem Messkolben von 50—100 ml Inhalt in 20 ml Benzin durch schwache Erhitzung in einem Wasserbade.

Diese Lösung trennt man auf der chromatographischen Kolonne (Bild 1), die mit 5 g aktivierten Silicagel (50:100) gefüllt ist. Das Gel aktiviert man auf folgende Art:

a) Fünfmal durch 5 Minuten mit einer zehnmaligen Menge von 0,1 n HCl kochen lassen.

b) Nach jedem Durchkochen die Lösung dekantieren.

c) Bis zum Verschwinden der Reaktion auf Chloride mit destilliertem Wasser spülen.

d) In einer Temperatur von 180—200° durch 5 Stunden im Trockenschrank trocknen lassen. Das aktivierte Gel ist unter abgedichtetem Verschluss zu halten.

Danach wird die Kolonne mit 30 ml Benzin (Sdp. 60—80°) gespült und das Eluat (45 ml) in eine tarierte Petrieschale von 8—10 cm Durchmesser eingesammelt. Die Lösung wird im Luftbade (Bild 2) abgedämpft. Nunmehr wird die Schale mit dem Bodensatz gewogen. Der Inhalt an Kohlenwasserstoffen wird nach folgender Formel berechnet: $W = \frac{(B - T)\,100}{C}\,\%$ wobei zu verstehen ist: W = Inhaltsmenge von Kohlenwasserstoffen im geprüften Wachse; T = Gewicht der Petrieschale; B = Gewicht der Petrieschale mit Bodensatz; C = Gewicht der Probe.

Falls der Wert für „W“ mit mehr als 16,5 zu unterstellen ist, wird das dem Bienenwachs zugemischte Paraffin aus folgender Formel errechnet: $Z = (W - 16{,}5\%)$.

Bei einer derartigen Bestimmungsweise hat der mittlere Fehler des Mittelwertes 2,38 ± 0,99% betragen (bei Verwendung eines Bienenwachses, der 13,6% Kohlenwasserstoffe enthält).

Die zur Durchführung dieser Analyse benötigte Zeitdauer beträgt höchstens 2½ Stunden.