Erkalten durch den Tropftrichter 20 cc ausgekochtes Wasser zufließen, ohne dass dabei Luft eintritt, und destillirt wiederum zur Trockne.

Hierauf schliesst man mittelst des Hahnes die Verbindung mit der Pumpe, öffnet vorsichtig den Quetschhahn an der Capillare und füllt den Apparat mit Wasserstoff.

Man lüftet den Kautschukstöpsel an dem auf der Druckflasche sitzenden Kühler, spritzt die Kühlrohre innen und aussen mit ausgekochtem Wasser ab und bringt das gesammte Destillat mit ausgekochtem Wasser auf 500 cc. In 400 cc bestimmt man mittelst $\frac{1}{10}$ Normal-Schwefelsäure den Ueberschuss an Kalilauge unter Benutzung von Phenolphthalein als Indicator. In den restirenden 100 cc wird nach dem Ansäuern mit $\frac{1}{10}$ Normal-Jodlösung geprüft, ob bestimmbare Mengen von schwefliger Säure vorhanden sind. Findet man nennenswerthe Mengen schwefliger Säure, so ist die Bestimmung zu verwerfen.

Bilden sich bei der Verseifung leicht flüchtige Phenole, so ist der Jodverbrauch kein Kriterium für vorhandene schweflige Säure; man oxydirt dann mit Bromwasser und prüft auf Schwefelsäure.

Für die Bestimmung des Acetons hat E. R. Squibb¹⁾ die von Robineau und Rollin angewandte Methode²⁾ für technische Zwecke etwas modificirt. Der Verfasser empfiehlt folgende Lösungen darzustellen:

1. Genau 10 g reines Aceton, mit Wasser verdünnt auf 1000 cc.
2. 257 g mit Alkohol gereinigtes Natronhydrat, in Wasser gelöst und auf 1 l verdünnt.
3. 250 g Jodkalium löst man in Wasser, verdünnt auf 1 l und fügt 850 cc der Lösung 2 hinzu.
4. Zu 1 l einer wässrigen Lösung von unterchlorigsaurem Natron, welche etwa 2,6 % disponibiles Chlor enthält (der Liquor Sodae Chloratae der U. S. Pharmakopöe entspricht dieser Concentration), setzt man 25 cc der Lösung 2.
5. 0,125 g Stärke verrührt man mit 5 cc Wasser, giesst in 20 cc siedendes Wasser und kocht noch etwas weiter. Nach dem Erkalten fügt man 2 g Natriumbicarbonat zu und rührt, bis es sich gelöst hat.

Diese Stärkelösung soll sich fast 3 Monate lang gut halten.

1) The Journal of the American chemical Society 18, 1068.

2) Diese Zeitschrift 33, 87 (1894).

Für die Titerstellung der Lösung von unterchlorigsaurem Natron werden 10 cc der Acetonlösung (1), entsprechend 0,1 g Aceton, in ein Becherglas von circa 50 cc Inhalt gebracht, man fügt 20 cc der alkalischen Jodkaliumlösung (3) hinzu und lässt aus einer Bürette unter stetem Umrühren tropfenweise 8—10 cc der Hypochloritlösung (4) zufließen. Erzeugen die einfallenden Tropfen nur noch eine schwache Trübung durch ausgeschiedenes Jodoform, so geht man um je 0,1 cc vor, bis ein Tropfen der Lösung mit einem Tropfen der Stärkelösung (5) auf einem Porzellanteller zusammengebracht eine blaue Färbung erzeugt.

Die Anzahl der verbrauchten Cubikcentimeter entspricht alsdann 0,1 g Aceton. Bei der Analyse von Acetonlösungen sucht man möglichst dieselben Concentrationen inne zu halten und macht zweckmässig zunächst einen Vorversuch.

Da die Hypochloritlösung nicht sehr beständig ist, so ist der Titer derselben häufig zu controliren.

Hinsichtlich des Einflusses, welchen gleichzeitig vorhandener Aethylalkohol auf die Genauigkeit der Bestimmung ausübt, konnte Squibb die Angaben von Robineau und Rollin bestätigen, dass nämlich der Alkohol die Bestimmung nicht beeinträchtigt.

IV. Specielle analytische Methoden.

1. Auf Lebensmittel, Gesundheitspflege, Handel, Industrie und Landwirthschaft bezügliche.

Von

L. Grünhut.

Ueber die Verseifung der Fette und Wachsarten und über die Analyse des Wollfettes. A. Smetham¹⁾ zeigt, dass die Verseifung der Fette bei der Bestimmung der Verseifungszahl nach Koettstorfer wesentlich beschleunigt wird, wenn man dem betreffenden Fett vor der Zugabe der alkoholischen Kalilauge Aether hinzufügt. Er fand es am besten, 3 g Fett und 20 cc Aether anzuwenden. Nimmt man 40 cc Aether, so erfolgt bei Rindstalg schon beim Stehen über Nacht bei gewöhnlicher Temperatur vollständige Verseifung.

¹⁾ The Analyst 18, 193.