stimmt man den Überschuss an Titanchlorid durch Titration mit einer Eisenalaunlösung unter Benutzung von Rhodankalium als Indikator. Die ganze Operation muss zur Vermeidung jeglicher Oxydation in einer Kohlensäureatmosphäre ausgeführt werden.

Die Bestimmung von Methylenblau führt E. Knecht¹⁾ auf folgende Weise aus:

1 g Methylenblau wird in 250 ccm Wasser gelöst und 50 ccm dieser Lösung werden mit einigen Tropfen Chlorwasserstoffsäure erwärmt. Man leitet nun Kohlensäure durch die Flüssigkeit und titriert mit einer Titanchloridlösung von bekanntem Gehalt bis zur Entfärbung. Der Endpunkt ist sehr scharf zu erkennen.

Unter der Voraussetzung, dass 1 Molekül Farbstoff 2 Atome Wasserstoff zur Reduktion verbraucht, ergab eine Probe Methylenblau rein 95—96 % Farbstoff und 4 % Wasser.

Die Glycerinbestimmungsmethode von Shukoff und Schestakoff²⁾ ist im Laboratorium der Dynamitfabrik Schlebusch³⁾ einer Nachprüfung unterzogen worden. Auf Grund dieser werden folgende Änderungen der Arbeitsweise empfohlen:

1. Die zu untersuchende Lösung wird, falls sie alkalisch ist, mit Schwefelsäure schwach angesäuert und dann, entgegen der Vorschrift von Shukoff und Schestakoff, nicht filtriert, sondern sogleich mit Kaliumkarbonat wieder alkalisch gemacht. Erst jetzt kann die Filtration stattfinden, da die Lösung sich sehr schlecht filtriert, so lange sie sauer ist.

2. Die Extraktion mit Azeton soll nicht 4, sondern 5—6 Stunden dauern, da sie nach 4 Stunden häufig noch nicht beendet ist.

3. Das Trocknen des erhaltenen Glycerins bewirkt man nicht bei 75—80°, sondern bei 90—95°.

Bei der höheren Temperatur wird nämlich konstantes Gewicht schneller und sicherer erreicht, und ein Verlust an Glycerin ist bei 95° noch nicht zu befürchten.

Trotz dieser Verbesserungen liefert die »Extraktionsmethode« stets etwas zu hohe Resultate, bei Seifenunterlaugen und Glycerinwassern 0,1 bis 0,2 %, bei Roh- und Dynamitglycerin nicht selten 1 %. Die

1) Journ. Soc. Dyers and Colourists **21**, 9; durch Journ. of the Soc. of Chemical Ind. **24**, 154; siehe auch diese Zeitschrift **45**, 631.

2) Zeitschrift f. angew. Chemie **18**, 295; vergl. diese Zeitschrift **47**, 175.

3) Zeitschrift f. angew. Chemie **18**, 1656.