Zur Bestimmung des Kaliumpermanganatverbrauchs macht man einen Teil der zu untersuchenden Lösung mit Natriumhydroxyd alkalisch, fügt noch etwa 3 g von letzterem hinzu und erhitzt das Gemisch mit 50 *ccm* einer 1,5-prozentigen Kaliumpermanganatlösung eine Stunde lang auf dem Wasserbad. Hierauf säuert man mit Schwefelsäure an und bestimmt den Überschuss an Kaliumpermanganat mittels Oxalsäurelösung. Sind Substanzen zugegen, welche ebenfalls Kaliumpermanganat reduzieren, aber keine Oxalsäure bilden, so bestimmt man den Gehalt an letzterer auf gewöhnliche Weise durch Titration mit Permanganat; 1 *ccm* einer 1,5-prozentigen Kaliumpermanganatlösung entspricht 0,0299 g kristallisierte Oxalsäure.

Sind x die Gramme Äpfelsäure und y die Gramme Weinsäure in 100 *ccm* Lösung, a die Drehung in Graden Ventzke in einem 200 *mm*-Rohr nach dem Behandeln mit Uranylacetat und der Permanganatverbrauch für 100 *ccm* Lösung = b g, dann ist

$$x = -0,0185 a + 0,1720 b, \text{ und}$$

$$y = 0,0248 a + 0,2436 b.$$

Entspricht c den Grammten gebildeter Oxalsäure in 100 *ccm* Lösung, dann berechnet sich

$$x = 0,020 a + 0,233 c, \text{ und}$$

$$y = 0,023 a + 0,331 c.$$

Die Berechnung ergibt sich aus folgenden Daten:

1 g Äpfelsäure in 100 *ccm* Lösung zeigt nach dem Behandeln mit Uranylacetat eine Drehung von $-27,77^\circ$ V., und 1 g Weinsäure unter denselben Bedingungen eine solche von $19,61^\circ$ V., 1 g Äpfelsäure reduziert 2,8297 g und 1 g Weinsäure 2,1062 g Permanganat.

Bei Fruchtsäften und Lösungen, welche Zucker enthalten, mischt man 50 *ccm* mit etwa 150 *ccm* 95-prozentigem Alkohol, fällt die Säuren durch Bleiazetat, filtriert und wäscht den Bleiniederschlag mit 80-prozentigem Alkohol bis zur Entfernung des Zuckers aus. Dann zersetzt man die Bleisalze durch verdünnte Schwefelsäure, filtriert vom Bleisulfat ab, verjagt den Alkohol durch Verdampfen und behandelt die erhaltene Lösung weiter wie oben angegeben.

Die Analyse von Rohglyzerin nach den internationalen Standardmethoden 1911, im besonderen die Bestimmung des organischen Rückstandes bespricht R. G. Grimwood¹⁾.

¹⁾ Journ. of the Society of chem. industry **32**, 1039. — Vergl. hierzu diese Zeitschrift **51**, 516 (1912).

Diese Bestimmung ist wegen der Schwerflüchtigkeit des Glycerins sehr zeitraubend, und die Resultate sind nicht immer übereinstimmend, da, wie thermoelektrische Messungen ergeben haben, die Temperatur in den verschiedenen Teilen des Ofens nicht überall die gleiche und eine ganz konstante Temperatur überhaupt schwer einzuhalten ist. Diese Mängel werden vermieden bei Anwendung eines vom Verfasser ausgearbeiteten Verfahrens unter Benutzung eines elektrisch geheizten Trockenschrankes, durch welchen entweder, über die Oberfläche des Glycerins hinstreichend, ein ständiger Luftstrom hindurchgeht, oder in welchem mittels einer gewöhnlichen Wasserstrahlpumpe unter gewissen Vorsichtsmaßregeln die Luft unter vermindertem Druck gehalten werden kann. Der Ofen und die Arbeitsweise sind im Original genau beschrieben und vergleichende Bestimmungen mit verschiedenen Glycerinsorten zusammengestellt, welche gute Übereinstimmung zeigen.

Die zur Bestimmung angewandten Schalen von Jenaer Glas haben etwa 80 mm Durchmesser, 12 mm Tiefe und ein Gewicht von 15 bis 20 g und sind den allgemein üblichen Petrischalen vorzuziehen.

Das Verdampfen des wässerigen Auszuges des Rückstandes vor dem Azetylieren geschieht vorteilhaft im luftverdünnten Raum bei 70—80°.

Die quantitative Trennung der nitrosubstituierten Verbindungen vom Nitroglycerin führt A. L. Hyde¹⁾ in einem besonders konstruierten Fraktionsapparat aus. Sie beruht auf der verschiedenen Löslichkeit von Nitroglycerin und Nitroprodukten in Schwefelkohlenstoff und in Mischungen von Eisessig und Wasser. Während Nitroglycerin in Schwefelkohlenstoff nur wenig löslich ist, aber sehr leicht in Eisessig und entsprechend in Mischungen dieser Säure mit Wasser, sind die meisten Nitroprodukte in Schwefelkohlenstoff zwar ebenfalls nicht sehr, aber immerhin mehr löslich als Nitroglycerin, dagegen weniger in Essigsäure. Durch eine fortgesetzte fraktionierte Extraktion, welche durch den beschriebenen Apparat ermöglicht wird, erfolgt eine quantitative Trennung des Nitroglycerins von den Nitroprodukten.

Bezüglich der Zusammenstellung des Apparates und der Ausführung der Bestimmung müssen wir auf das Original verweisen, in dem auch die Analysenergebnisse von Mischungen von Nitroglycerin mit Mono-, Di- und Trinitrotoluolen, von Nitronaphtalin mit Trinitrotoluol und der Nitotoluole untereinander zusammengestellt sind.

¹⁾ The Journ. of the American chem. Soc. **35**, 1173.