Zur Ausführung der Bestimmung wird nach Gascard eine bekannte Menge Alkohol oder getrocknetes Phenol mit einem Überschuss von Benzoësäureanhydrid in einen langhalsigen Kolben eingeschmolzen. Dieser wird, mit einem Bleikranz beschwert, in ein Bad gebracht, das je nach der zu untersuchenden Substanz Wasser, Chlorkalziumlösung oder Öl enthält. Völlig in das Bad eingetaucht wird er mehrere Stunden erhitzt. In den nach dem Herausnehmen und Abtrocknen geöffneten Kolben gibt man 10—20 cc Äther und, nachdem dieser den Inhalt des Kolbens gelöst hat, 5 cc Wasser. Nach Zusatz von Phenolphthaleïn wird mit Normalkalilauge bis zur dauernden Rotfärbung titriert. Die Rechnung gestaltet sich sehr einfach. Ist p die Gewichtsmenge Alkohol oder Phenol, N die Anzahl Kubikzentimeter der Kalilauge und P das Molekulargewicht, so ist

$$P = p \times \frac{1,000}{N}.$$

Da Veresterung und Titration in demselben Gefäß vorgenommen werden, ist die Methode schnell ausführbar.

Zur Erzielung hoher Vakua im Exsikkator haben Benedict und Manning¹⁾ die Äther-Schwefelsäuremethode angegeben; bei ihren Versuchen benutzten sie einen Hempel'schen Exsikkator.

Dieselbe Methode hat H. C. Gore²⁾ beim Scheibler'schen Exsikkator zur Anwendung gebracht, den er als handlicher und brauchbarer sehr empfiehlt (Fig. 9).

In dem Exsikkator ist ein einfaches Manometer befestigt. Der Stopfen wird mit etwas Chloroform gereinigt, ebenso wie der Glashahn, mit einer Vaseline-Bienenwachsmischung eingefettet, in der beim Schmelzen etwas Kautschuk gelöst worden ist. Das Gemisch ohne Kautschuk dient zum Einfetten des Deckels. Der Exsikkator wird mit 200 cc konzentrierter Schwefelsäure beschickt. Auf der Schwefelsäure schwimmt eine Petrischale von 10 cm Durchmesser. In diese gibt man durch einen langhalsigen Trichter 20—25 cc Äther. Zwischen Exsikkator und Pumpe

Fig. 9.

1) American Chemical Journal **27**, 340; American Journ. Physiol. **13**, 309.

2) The Journal of the American Chemical Society **28**, 834.

werden zwei Flaschen eingeschaltet. Die eine ist leer und dient als Sicherheitsflasche, die andere enthält etwas Wasser und gestattet die Beobachtung des Luftaustritts.

Es wird evakuiert bis keine Luftblasen mehr entweichen, dann schliesst man den Hahn. Der Druck sinkt nun allmählich bis er ein Minimum von etwa 1 mm erreicht hat. Durch schwaches Hin- und Herbewegen des Exsikkators bringt man immer neue Schichten der Schwefelsäure mit den Ätherdämpfen in Berührung und beschleunigt so das Evakuieren.

Beim Trocknen wasserreicher Substanzen ist Vorsicht geboten, da durch Spritzen leicht Verluste herbeigeführt werden können.

2. Auf angewandte Chemie bezügliche Methoden, Operationen, Apparate und Reagenzien.

Von

W. Tetzlaff.

Über Ammoniumtrijodat als Urtitersubstanz berichtet E. Riegler¹⁾. Nach Angabe des Verfassers kristallisiert der Körper leicht und lässt sich daher einfach in reinem Zustande darstellen, ferner sind seine Lösungen unbegrenzt haltbar. Aus diesen Gründen empfiehlt Riegler denselben als Titersubstanz in der Jodometrie und Alkalimetrie. Man stellt das Trijodat dar, indem man 100 g chemisch reine Jodsäure mit 200 cc Wasser zum Sieden erhitzt und die Lösung filtriert. Das heisse Filtrat wird mit konzentrierter Ammoniaklösung in einer Menge, welche 3 g Ammoniakgas entspricht, (oder mit dem entsprechenden Gewicht an Chlorammonium) versetzt und während 24 Stunden sich selbst überlassen, nach welcher Zeit sich die Kristalle des Ammoniumtrijodats aus der Lösung abgeschieden haben.

Hinsichtlich der Anwendbarkeit des Salzes in der Jodometrie ist zu bemerken, dass nach der Gleichung:

$$\text{NH}_4 \cdot \text{H}_2 (\text{JO}_3)_3 + 16 \text{HCl} + 15 \text{KJ} = 15 \text{KCl} + \text{NH}_4 \text{Cl} + 9 \text{H}_2\text{O} + 9 \text{J}_2$$

bei Gegenwart überschüssiger Salzsäure 1 Molekül Ammoniumtrijodat aus Jodkalium 9 Moleküle Jod in Freiheit setzt. (30,25 g des Salzes entsprechen somit 126,85 g Jod.)

¹⁾ Verhandlungen des Internationalen Kongresses für angewandte Chemie in Rom; Chemiker-Zeitung **30**, 433.