überschüssigen Cupri-Ions in schwach schwefelsaurer Lösung bei Gegenwart des ausgefällten Cupro-Oxydes erfolgen kann. Nur haben die Verfasser Versuchsbedingungen ausgearbeitet, bei denen man — im Gegensatze zu Schoorl — nicht neuer Tabellen zur Berechnung des Resultates bedarf, sondern die üblichen Tabellen von Allihn und Soxhlet und Anderen weiter benutzen kann. Wegen der Einzelheiten dieser Arbeitsweise muss auf das Original verwiesen werden.

Für die Bestimmung der reduzierenden Zuckerarten mittels alkalischer Kupferlösung bringen auch C. Conti¹⁾, sowie T. Mayezima²⁾ ein volumetrisches Verfahren in Vorschlag, bei dem sowohl die Titerstellung der Fehling'schen Lösung als auch die Zurücktitrierung der unverbrauchten Cuproionen mit Hilfe von Kaliumcyanidlösung nach dem Verfahren von Parkes³⁾ vorgenommen wird.

2. Auf Pharmazie bezügliche Methoden.

Von

H. Mühe.

Über die Untersuchung des Glyzerins berichtet O. Schmatolla⁴⁾. Nach den Erfahrungen des Verfassers existiert eine einfache spezifische Reaktion zur Unterscheidung der raffinierten von den destillierten Glyzerinen nicht; die zu diesem Zweck vorgeschlagene Probe mit Bleiazetat soll heute nicht mehr zuverlässig sein. In einem neutralen, raffinierten Glyzerin, das nur geringe Mengen Schwefelsäure enthält, bleiben die Trübungen mit Bleiazetat aus, obgleich man beobachten konnte, dass sie nach Zusatz von Essigsäure in der Regel schnell hervortraten, während bei destilliertem Glyzerin etwaige durch Bleiessig bedingte Trübungen durch Zufügen von Essigsäure wieder verschwanden.

Die absolute Geruchlosigkeit eines Glyzerins, die fast ein nie ver sagendes Zeichen eines vollkommen reinen Präparates ist, lässt sich nach Schmatolla nicht an einer kleinen Menge wahrnehmen, sondern

1) Boll. chim. farm. 1907, S. 609; durch Pharm. Zentrallhalle **49**, 473.

2) Journal of the pharm. society of Japan 1908; durch Pharm. Zentrallhalle **49**, 687.

3) Vergl. R. Fresenius, Anleitung zur quantitativen Analyse 6. Aufl., Bd. I, S. 336.

4) Pharm. Zeitung **51**, 363; durch Zeitschrift d. allgem. österr. Apotheker-Vereins **60**, 485.

nur, wenn man in einen grösseren, an einem nicht zu kalten Orte in einem verschlossenen Glasgefässe aufbewahrten Vorrat hineinriecht. Bezüglich der neutralen Reaktion eines Glycerins bemerkt der Verfasser, dass eine einfache Prüfung mit Lackmus nicht genügt; ferner hält er die vom D. A. B. IV angegebene Prüfung auf Schwermetalle für nicht mehr genügend, da in dem stark verdünnten Präparate diese Körper sich nur noch sehr undeutlich nachweisen lassen; ebenso sollen die vom D. A. B. IV für Glycerin vorgeschriebenen Geruchsproben mit Natronlauge und verdünnter Schwefelsäure von geringem Wert für die Beurteilung eines Präparates sein. Der Verfasser hält dagegen die Silberprobe des D. A. B. IV ¹⁾ für recht brauchbar, sie scheint nur selten zu versagen. Schmatolla hat nur ein raffiniertes, nicht destilliertes Glycerin unter der Hand gehabt, das von Estern und Säuren vollkommen frei war und die Silberprobe aushielt; er empfiehlt jedoch, diese Prüfung nicht in dem vom D. A. B. IV angegebenen Verhältnis auszuführen, sondern mindestens die doppelten Mengen, einschliesslich des Zusatzes der Silberlösung, anzuwenden und die Temperatur auf 75° zu steigern. Die Ritsert'sche Silberprobe scheint nach den bis jetzt gemachten Erfahrungen darauf zu beruhen, dass bei gleichzeitiger Anwesenheit von Metallen und Alkalien in der ammoniakalischen Lösung eine weitere Oxydation der Zersetzungsprodukte erfolgt, die sich bei unvorsichtiger Destillation in geringer Menge bilden. Solche Glycerindestillate geben bei der Silberprobe schon beim Erwärmen mit Ammoniak häufig eine deutliche, gelbliche Färbung und zeigen bei der oben erwähnten Geruchsprüfung einen wenn auch sehr schwachen aldehydartigen oder säuerlich ranzigen Geruch. Zur Wertbestimmung eines Glycerins schlägt Schmatolla vor, ausser der Silberprobe, in oben angedeuteter Weise, folgende Reaktionen auszuführen, die ein chemisch reines Glycerin, wie es vielfach für medizinische und kosmetische Zwecke Verwendung findet, aushalten muss: Mischt man 5 ccm Glycerin mit etwa 5 ccm Wasser und fügt etwa 5 Tropfen Phenolphthaleinlösung hinzu, so muss ein Tropfen Kalkwasser in der Mischung eine deutliche Rotfärbung hervorbringen, die während einiger Minuten bestehen bleibt. Versetzt man eine gleiche Mischung von Glycerin und Wasser mit einem Tropfen Kongorotlösung

1) Eine Mischung aus 1 g Glycerin und 1 ccm Ammoniakflüssigkeit wird im Wasserbade auf 60° erwärmt und dann sofort mit 3 Tropfen Silbernitratlösung versetzt, innerhalb 5 Minuten soll in dieser Mischung weder eine Färbung noch ein braunschwarzer Niederschlag entstehen.

von einem Prozent, so muss ein Tropfen $\frac{1}{10}$ -Normal-Salzsäure einen vollständigen Farbumschlag bewirken. Diese Bestimmungen sollen die Gegenwart von Salzen oder sauren Körpern vollkommen ausschliessen. Etwa 10 *ccm* Glycerin, die den Boden eines Bechergläschens in etwa 0,5 bis 1 *cm* hoher Schicht bedecken, versetzt man mit einigen Tropfen Schwefelwasserstoffwasser; von der Seite betrachtet darf das Gemisch keinerlei Veränderung zeigen; statt des Schwefelwasserstoffwassers kann man auch einige Tropfen einer schwachen Tanninlösung anwenden, wodurch sich das besonders in Betracht kommende Eisen leicht nachweisen lässt.

V. Atomgewichte der Elemente.

Von

A. Czapski.

Über das Atomgewicht des Vanadins veröffentlichen W. Prandtl und B. Bleyer¹⁾ im Anschluss an ihre früheren Untersuchungen über diesen Gegenstand²⁾ folgendes. Zunächst führten sie noch einige Bestimmungen nach der von ihnen bisher angewandten Methode — Feststellung des Chlorgehalts im Vanadinoxytrichlorid — aus, weil die Resultate der beiden Reihen von Analysen, die in der ersten Arbeit beschrieben sind, nicht genügend übereinstimmten. Es hatten sich für den Gehalt an Chlor in 100 Teilen Vanadinoxytrichlorid die Zahlen $61,3095 \pm 0,0159$ und $61,3696 \pm 0,0098$ ergeben.

Die jetzt unternommenen Bestimmungen führten zu den in der folgenden Tabelle ersichtlichen Zahlen:

Angew. VOCl_3 in <i>g</i>	Gef. AgCl in <i>g</i>	Cl in %
3,23175	8,00636	61,287
3,56589	8,83375	61,284
3,64470	9,04685	61,405
4,05060	10,04498	61,348
4,33158	10,74624	61,374
4,96088	12,30438	61,358
5,24732	13,01359	61,352
5,53998	13,73492	61,333
5,85234	14,50771	61,315
6,46766	16,04292	61,363
7,77585	19,26836	61,301
8,41904	20,86554	61,311
10,66137	26,42699	61,321
73,74896	182,84259	61,3328

¹⁾ Zeitschrift f. anorg. Chemie **67**, 257.

²⁾ Vergl. diese Zeitschrift **49**, 789.