

Eine 0,2—0,5 g Jod entsprechende Menge des reinen und trocknen Chinons löst man in ein wenig Alkohol von 95  $\frac{0}{10}$ . Hierzu fügt man ein eben bereitetes Gemenge von 20 cc einer 10 procentigen Jodkaliumlösung und 20 cc concentrirter Salzsäure, welche vorher mit dem gleichen Volumen auf 0° abgekühlten Alkohols von 95  $\frac{0}{10}$  verdünnt war. Das ausgeschiedene Jod wird dann wie üblich mit  $\frac{1}{10}$  Normal-Thiosulfatlösung bestimmt.

Bei Ausführung der Analyse in obiger Weise werden absolut genaue Resultate erhalten, und scheint sich diese Methode für die Bestimmung aller eigentlichen Chinone zu eignen.

Für die Bestimmung der Löslichkeit der Chinone in verschiedenen Agentien wird diese Methode gute Dienste leisten. Sie wird Anwendung finden können, um über den Verlauf der Oxydation der Hydrochinone zu Chinonen Aufklärung zu erhalten.

Für die Analyse der leicht zersetzlichen Verbindungen des eigentlichen Chinons, des Chinhydrons und des Phenochinons ist die obige Methode auch anwendbar.

**Zur Zuckerbestimmung.** Zur jodometrischen Zuckerbestimmung mit Fehling'scher Lösung nach dem von Politis, Riegler und Lehmann<sup>1)</sup> vorgeschlagenen Verfahren hat N. Schoorl<sup>2)</sup> einen Beitrag geliefert. Der Verfasser hält die von Maquenne<sup>3)</sup> empfohlene Modification nicht für ganz einwandfrei. Durch den Zusatz der grossen Menge Schwefelsäure soll das abgeschiedene Kupferoxydul leicht gelöst werden und durch den Sauerstoff der Luft eine Oxydation zu Kupferoxydsalz eintreten, wodurch eine vermehrte Jodabscheidung stattfindet. Ausserdem soll der Endpunkt der Titration nicht scharf zu erkennen sein.

Auf diese Umstände führt es der Verfasser zurück, dass bei Maquenne das Verhältniss zwischen Kupferoxydul und Zucker (0,9 cc  $\frac{1}{10}$  Normal-Thiosulfatlösung für 2,5 mg Saccharose bis 17,8 cc für 50 mg) um circa 15 % höher ist als nach der Allihn'schen Tabelle.

---

1) Vergl. diese Zeitschrift **38**, 778.

2) Zeitschrift f. angew. Chemie 1899, S. 633.

3) Diese Zeitschrift **38**, 778.

Durch Zusatz von grösseren Mengen Jodkalium und Anwendung geringerer Mengen Schwefelsäure werden nach Schoorl diese Uebelstände umgangen, und man erhält Werthe, die mit den bekannten Zuckertabellen von Allihn, Meissl, Soxhlet, Wein etc. im Einklang stehen.

Der Verfasser empfiehlt folgende Arbeitsweise: 10 cc der Fehling'schen Kupferlösung (69,28 g Kupfersulfat im Liter) werden mit 10 cc der Soxhlet'schen Tartratlösung (346 g Seignettesalz und 100 g Natronhydrat im Liter) in einem Erlenmeyerkolben von circa 200 cc Inhalt gemischt und mit Wasser auf 50 cc verdünnt. Auf einem Drahtnetz mit Asbestpappe, mit einem kreisförmigen Ausschnitt von 6 cm Durchmesser, erhitzt man den Inhalt des Kölbchens zum Sieden und erhält darin während 2 Minuten. Man kühlt hierauf durch Einstellen in kaltes Wasser rasch ab, fügt 10 cc einer 20 procentigen Jodkaliumlösung und dann 10 cc einer 25 procentigen Schwefelsäure ( $1\frac{1}{2}$  Volumen concentrirter Schwefelsäure und  $8\frac{1}{2}$  Volumen Wasser) hinzu und titriert sofort das ausgeschiedene Jod mit  $\frac{1}{10}$  Normal-Thiosulfatlösung. Gegen Ende der Titration wird Stärkelösung zugegeben; als Endpunkt der Titration gilt das Umschlagen der schwach blauen Farbe der Lösung in rahmgelb.

Bei der Zuckerbestimmung werden in gleicher Weise die 20 cc Fehling'sche Lösung mit der Zuckerlösung (höchstens 90 mg Glukose oder invertirte Saccharose, oder 125 mg Laktose enthaltend) versetzt und auf 50 cc verdünnt.

Die Differenz beider Titrationen entspricht der angewandten Zuckermenge.

Die Fehling'sche Lösung muss stets frisch gemischt werden. Eine gemischt aufbewahrte Lösung ändert sehr rasch ihren Titer gegen Thiosulfatlösung.

Bei Laktose ist bekanntlich ein 5 Minuten langes Kochen vorgeschrieben; bei der Titerstellung muss deshalb auch diese Zeitdauer inne gehalten werden.

Die nachstehende Tabelle gibt das Verhältniss zwischen verbrauchter  $\frac{1}{10}$  Normal-Thiosulfatlösung und den entsprechenden Mengen der einzelnen Zuckerarten an.

cc $\frac{1}{10}$ N.- Thiosulfat	Laktose $C_{12}H_{22}O_{11}$ , $H_2O$	Glukose $C_6H_{12}O_6$	Saccharose $C_{12}H_{22}O_{11}$	Amylum <sup>1)</sup> $C_6H_{10}O_5$
1	4,5	3,2	3,1	2,8
2	9,0	6,3	6,2	5,7
3	13,6	9,4	9,3	8,5
4	18,1	12,6	12,4	11,4
5	22,7	15,9	15,6	14,3
6	27,3	19,2	18,8	17,3
7	31,9	22,4	22,0	20,2
8	36,5	25,6	25,2	23,1
9	41,1	28,9	28,4	26,1
10	45,8	32,3	31,7	29,1
11	50,6	35,7	35,0	32,1
12	55,4	39,0	38,3	35,1
13	60,3	42,4	41,6	38,2
14	65,2	45,8	44,9	41,3
15	70,1	49,3	48,2	44,4
16	75,0	52,8	51,6	47,5
17	80,0	56,3	55,1	50,7
18	85,0	59,8	58,7	53,9
19	90,0	63,3	62,3	57,1
20	95,0	66,9	65,9	60,3
21	100,0	70,7	69,6	63,7
22	105,1	74,5	73,3	67,1
23	110,4	78,5	77,1	70,7
24	115,9	82,6	80,9	74,3
25	121,6	86,6	84,7	77,9
26	127,5	90,7	88,6	81,6
27	133,8	94,8	92,5	85,3

Für die Bestimmung des Zuckers nach Allihn wiederholt J. Formánek<sup>2)</sup> seinen schon vor circa 10 Jahren<sup>3)</sup> gemachten Vorschlag, das Kupferoxydul durch ein Papierfilter zu filtriren, es in ver-

<sup>1)</sup> Die Zahlen für Amylum sind nicht empirisch festgestellt, sondern nur durch Multipliciren derjenigen für Glukose mit  $\frac{9}{10}$  gefunden. Nach Lippmann müssen diese Zahlen noch mit 1,4% multiplicirt werden, da Maltose bei dreistündiger Inversion auf dem Dampfbade nur noch 90,6% der theoretischen Quantität Glukose gibt.

<sup>2)</sup> Zeitschrift f. Untersuchung der Nahrungs- und Genussmittel **1**, 320.

<sup>3)</sup> Diese Zeitschrift **30**, 64; vergl. auch die dortige Anmerkung.

dünnter Salpetersäure zu lösen und dann das Kupfer elektrolytisch zu bestimmen. Ich begnüge mich mit dem Hinweis auf diese Arbeit.

**Bei der für die Bestimmung des Anthracens** nach der Luck'schen Methode<sup>1)</sup> vorrätig gehaltenen Lösung von Chromsäure und Eisessig (15 g Chromsäure, 10 cc Eisessig und 10 cc Wasser) constatirte Henry Bassett<sup>2)</sup> häufig merkliche Veränderungen. Diese beruhten nach den Untersuchungen des Verfassers auf einer Reduction der Chromsäure durch den angewandten Eisessig vom Schmelzpunkt 13° C. Die Reduction betrug innerhalb 24 Tagen 0,87 g Chromsäure für die wie üblich angewandte Menge von 15 g. Aber auch reiner Eisessig vom Schmelzpunkt 16,6° C. lieferte unter den gleichen Verhältnissen einen Verlust von 0,16 g an Chromsäure.

Noch schlimmer liegen die Verhältnisse beim Kochen der Lösungen. Verfährt man genau nach den Angaben des Verfahrens, aber ohne Anthracen, so verlieren nach dem vorgeschriebenen 4stündigen Kochen unter Anwendung von reinem Eisessig die angewandten 15 g Chromsäure durch Reduction 4,44 g. Bei Benutzung des Eisessigs mit dem Schmelzpunkt 13° C. beträgt der Verlust sogar 6,45 g.

Entgegen den bisherigen Angaben wird also Essigsäure durch Chromsäure stark oxydirt. Hieraus erklärt sich auch die empfohlene Anwendung von 15 g Chromsäure für 1 g Anthracen. Von der ersteren wird für die Oxydation des Eisessigs mehr verbraucht als für das Anthracen selbst.

Der Verfasser empfiehlt deshalb die Verwendung von reinem Eisessig; die vorrätig gehaltene Oxydationslösung sei höchstens 15 Tage alt.

Bei Anwendung von nicht reinem Eisessig und älteren Oxydationslösungen werden um circa 0,7 % zu hohe Anthracengehalte gefunden.

**Zur Werthbestimmung von glycerinphosphorsauren Salzen** neutralisirt man nach A. Astruc<sup>3)</sup> einerseits die wässrige Lösung mit Normal-Schwefelsäure, respective Salzsäure, unter Benutzung von Methylorange als Indicator und titirt dann mit Normallauge unter Anwendung von Phenolphthaleïn.

---

1) Diese Zeitschrift **12**, 347; **13**, 251; **16**, 61; **35**, 97.

2) Chem. News **79**, 157.

3) Journ. de Pharm. et de Chim. 1898, S. 5; durch The Analyst **23**, 45.