

gleich anfangs zugesetzt werden; sonst fügt man es am besten nach erfolgter Lösung der Substanz zu. Nach etwa einer halben Stunde wird die Flüssigkeit farblos, man setzt jedoch das Kochen zur vollständigen Oxydation noch weitere 15 Minuten fort. Eine grössere Kaliumsulfatmenge beschleunigt die Oxydation ein wenig, verursacht aber leicht Schäumen.

b. Bestimmung näherer Bestandteile.

Die Bestimmung der Zitronensäure lässt sich nach P. Weijer¹⁾ mit, für pharmazeutische Zwecke, genügender Genauigkeit in folgender Weise ausführen.

Die Zitronensäure enthaltende Lösung wird unter Zusatz von verdünnter Schwefelsäure und einer 3-prozentigen Kaliumpermanganatlösung destilliert: Die entstehende Kohlensäure fängt man in einer titrierten Lösung von Barythydrat auf und bestimmt den Überschuss an letzterem nach Winkler durch Titration mit einer eingestellten Salzsäure. 1 Mol. Zitronensäure liefert hierbei 3 Mol. Kohlensäure und 1 Mol. Azeton.

Über die quantitative Bestimmung von Azetanilid hat W. A. Puckner²⁾ Versuche angestellt und gefunden, dass dieses schon bei relativ niedrigen Temperaturen ziemlich flüchtig ist. Hat man Azetanilid in Äther- oder Chloroformlösung, so kann man das Lösungsmittel bei gewöhnlicher Temperatur verdunsten lassen und den Rückstand über konzentrierter Schwefelsäure bis zu konstantem Gewicht trocknen. Wird das Lösungsmittel abdestilliert und der Rückstand bei 50—60° getrocknet, so ist der Gewichtsverlust noch gering, während bei 95° das Azetanilid merklich flüchtig ist. Man erhält aber doch genaue Resultate, wenn man nach Abdestillieren des Chloroforms das Destillationsgefäss bis zum Beginn der Kristallisation in Bewegung hält und dann 2 Stunden bei 95° trocknet.

Zur Bestimmung des Schwefelkohlenstoffs in Benzol fügt M. Weiss³⁾ zu 2,5 g Benzol 2,5 ccm einer gesättigten alkoholischen Kalilauge, lässt 5 Minuten stehen und erhitzt eine Stunde lang am Rückflusskühler bei 60° C. Man spült mit Wasser in ein Becherglas, ver-

1) Pharm. Weekblad **46**, 990; durch Chem. Zentralblatt **80**, II, 1010.

2) Pharm. Rev. 1905, S. 302; durch Zeitschrift d. allgem. österr. Apotheker-Vereins **44**, 11.

3) Journ. Ind. Eng. Chem. 1909, S. 604; durch Chemiker-Zeitung **23**, R. 489.

jagt das unveränderte Benzol durch Erhitzen und oxydiert das entstandene xanthogensaure Kalium durch Behandeln mit Bromwasser in stark alkalischer Lösung zu schwefelsaurem Kalium. Nach dem Ansäuern mit Salzsäure kann dann die Schwefelsäure wie üblich bestimmt werden.

Über die langsame Verbrennung von Schwefelkohlenstoff liegt eine Notiz von Norman Smith¹⁾ vor. Lässt man Schwefelkohlenstoff mit Sauerstoff zusammen durch ein erhitztes Rohr streichen, so setzt sich ein rötlich brauner Körper²⁾ ab. Dieser besteht hauptsächlich aus der Verbindung $C_{16}H_6O_4S_8$, welche Säurecharakter besitzt. Daneben finden sich aber auch andere saure Verbindungen mit weniger Kohlenstoff und mehr Schwefel, ferner kleine Mengen freien Kohlenstoffs und Schwefels. Die gasförmigen Reaktionsprodukte sind schweflige Säure und etwas Kohlensäure.

Einen Vergleich der Bestimmungsmethoden des Glyzerins hat W. E. Garrigues³⁾ ausgeführt und eingehende Angaben über die drei üblichen Methoden nach Benedikt und Zsigmondy⁴⁾, Benedikt und Cantor⁵⁾ und Hehner⁶⁾ gemacht, diese auch teilweise modifiziert.

Rohes Glyzerin wird am besten nach Benedikt und Cantor's Essigsäureanhydrid-Methode, Seifenunterlaugen werden nach Hehner's Bichromatmethode untersucht.

Anschliessend macht der Verfasser noch einige Bemerkungen über die Stellung der Natriumthiosulfatlösung und empfiehlt hierfür folgende Arbeitsweise: 25 *ccm* Chromsäurelösung werden mit 10 *ccm* einer 10-prozentigen Jodkaliumlösung und 5 *ccm* konzentrierter Salzsäure gemischt. Nach 10 Minuten langem Stehen wird mit 150 *ccm* Wasser verdünnt und das Jod titriert, indem man aber vor Zugabe der letzten Tropfen Thiosulfat die Flasche verschliesst und kräftig schüttelt, um auf diese Weise auch das in der Stärke niedergeschlagene Jod zu lösen.

1) Proc. of the chem. Soc. **21**, 311.

2) Vergl. auch Turpin, Brit. Assoc. Reports 1890, S. 776; Dixon u. Russel, Trans. **75**, 603.

3) Proc. Eng. Soc. Western Pa. **13**, 271; durch The Journal of the American chemical Society **19**, 181.

4) Diese Zeitschrift **25**, 587.

5) Diese Zeitschrift **28**, 357.

6) Diese Zeitschrift **27**, 518.