

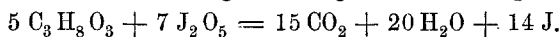
in 250 cc des klaren Filtrates das überschüssige Jod mit $\frac{1}{10}$ Normal-Thiosulfatlösung.

Der Jodverbrauch der Salicylsäure, sowie der untersuchten Phenole, ist derselbe, wie der in der ersten Abhandlung angegebene.

Bei Thymol ist das Anwärmen auf 60—65° unnöthig, da die Jodaufnahme glatt bei gewöhnlicher Temperatur erfolgt.

Nach der so modificirten Methode hat Messinger auch mit Erfolg Salicylsäurepräparate wie Wismuth-Mercurisalicylat und Salol untersucht. Letzteres, der Salicylsäurephenylester, wird durch Alkali bei 60° verseift. Die alkalische Lösung enthält alsdann salicylsaures Natrium und Phenolnatrium. Auf 1 Molecül Salol sind daher mindestens 18 Molecüle Alkali in Anwendung zu nehmen, und 12 Atome Jod entsprechen 1 Molecül Salol.

Eine Bestimmung des Glycerins gründet A. Chaumeil¹⁾ auf die Thatsache, dass Glycerin bei Gegenwart von concentrirter Schwefelsäure durch Jodsäure quantitativ zu Wasser und Kohlensäure oxydirt wird. Die Reaction verläuft gemäss folgender Gleichung:



Das abgeschiedene Jod kann nach dem Ueberdestilliren in vorgelegte Jodkaliumlösung mit $\frac{1}{10}$ Normal-Thiosulfatlösung bestimmt werden.

Nach obiger Gleichung entsprechen 1778 Theile Jod 460 Theilen Glycerin; 1 cc $\frac{1}{10}$ Normal-Thiosulfatlösung entspricht also

$$0,0127 \frac{460}{1778} = 0,0127 \cdot 0,2587 \text{ g Glycerin.}$$

Zur Ausführung der Analyse werden circa 10 g Glycerin mit Wasser zu 1000 cc gelöst. 10 cc dieser Lösung bringt man in einen für jodometrische Analysen geeigneten Destillationsapparat; man fügt 25 cc einer 20 procentigen Jodsäurelösung, 50 cc concentrirte Schwefelsäure, einige Stückchen Marmor hinzu und destillirt. Das entstandene Jod wird in die mit 20 procentiger Jodkaliumlösung beschickte Vorlage überdestillirt; der Inhalt des Destillationskolbens entfärbt sich bald. Man lässt etwas erkalten, bringt 25 cc Wasser in den Destillationskolben und destillirt wiederum. Diese Operation, Zusatz von 25 cc Wasser mit darauf folgender Destillation, wird noch zweimal wiederholt.

Der Wasserzusatz dient zur Verseifung des gebildeten Schwefelsäureesters des Glycerins; das regenerirte Glycerin kann dann mit der Jodsäure wieder in Reaction treten.

1) Bull. de la soc. chim. de Paris (3. Sér.) 27, 629.

In der Vorlage wird das überdestillirte Jod mit $\frac{1}{10}$ Normal-Thio-sulfatlösung titirt.

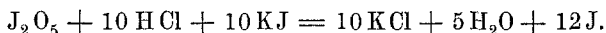
Bei Gegenwart von Chloriden kann die Bestimmung in gleicher Weise ausgeführt werden. Ausserdem bestimmt man aber in 10 cc der verdünnten, mit Calciumcarbonat neutralisirten Glycerinlösung den Gehalt an Chloriden durch Titration mit $\frac{1}{10}$ Normal-Silberlösung unter Verwendung von neutralem Kaliumchromat als Indicator.

Für je 10 cc der verdünnten Glycerinlösung seien A cc $\frac{1}{10}$ Thio-sulfatlösung und a cc $\frac{1}{10}$ Normal-Silberlösung gebraucht worden.

In den angewandten 10 cc Glycerinlösung sind dann

(A — 1,2a) 0,0127 . 0,2587 g Glycerin vorhanden.

Ch a u m e i l führt für diese Berechnungsart folgende Begründung an. Die Salzsäure tritt mit der Jodsäure nach folgender Gleichung in Reaction:



Für 355 Theile Chlor werden demnach 1524 Theile Jod mehr abgeschieden.

Es entsprechen nun a cc $\frac{1}{10}$ Normal-Silberlösung a. 0,00355 g Chlor, demnach a. 0,01524 g Jod.

Diese entsprechen aber $\frac{a \cdot 0,01524}{0,0127} = 1,2 a$ cc $\frac{1}{10}$ Normal-Thiosulfat-lösung, welche daher von den direct verbrauchten A Cubikcentimetern bei der Berechnung in Abzug zu bringen sind.

Die angeführten Beleganalysen zeigen gute Uebereinstimmung mit den nach dem Bichromat-Verfahren ausgeführten Analysen.¹⁾

IV. Specielle analytische Methoden.

2. Auf Pharmacie bezügliche.

Von

H. Mühe.

Ueber Crocus berichten Caesar und Loretz²⁾.

Die Verfälschungen, denen der Safran in grossem Maasse ausgesetzt ist, rühren von Zwischenhändlern her und sind verschiedener Art. Einen

¹⁾ Vergl. diese Zeitschrift **25**, 587.

²⁾ Pharm. Centralhalle **33**, 30.