

folgendes Verfahren: 1 *ccm* des nach der Bleiessigfällung erhaltenen Filtrates wird mit 0,2 *ccm* Fehlingscher Lösung 1 Minute lang gekocht. Tritt die blaue Färbung noch in Erscheinung, so liegt weniger als 1% reduzierender Zucker (als Invertzucker berechnet) vor. In diesem Fall kann zur Polarisation geschritten werden.

R. Strohecker.

Über die Bestimmung der Jodbromzahl liegt eine schon etwas ältere Arbeit von L. W. Winkler¹⁾ vor, über die bisher in dieser Zeitschrift noch nicht berichtet wurde.

Die darin beschriebene Kaliumbromatmethode ist eine Abänderung des im Deutschen Arzneibuch VI vorgeschriebenen Verfahrens. Sie unterscheidet sich von dieser dadurch, dass man zum Zurückmessen des Bromatüberschusses statt der alkalischen Arsenitlösung des Arzneibuches eine saure anwendet, die im Gegensatz zur alkalischen titerbeständig ist.

Winkler benutzt eine Arsenitlösung folgender Zusammensetzung: 12,3 g Arsentrichlorid werden mit 6 g Natriumhydroxyd in 100 *ccm* Wasser gelöst. Die auf etwa 900 *ccm* verdünnte Lösung säuert man mit 10 *ccm* konz. Schwefelsäure an, filtriert am nächsten Tag durch einen befeuchteten Wattebausch und füllt auf 1 l auf.

Man stellt zunächst fest, wieviel 0,1 n-Kaliumbromatlösung 20 *ccm* der Arsenitlösung entspricht, indem man in eine 150–200 *ccm* fassende Flasche mit gutschliessendem Stöpsel 10 *ccm* gereinigten Tetrachlorkohlenstoff, 25 *ccm* 0,1 n-Kaliumbromatlösung, 25 *ccm* Wasser, 1 g grobpulverförmiges Kaliumbromid und 10 *ccm* verdünnte Salzsäure (des Arzneibuches) bringt und die Flasche sofort mit dem Stöpsel verschliesst. Man lässt nach mehrfachen kräftigem Umschütteln $\frac{1}{2}$ Stunde im Dunkeln stehen. Hierauf lässt man aus einer feinen Bürette annähernd 19,5 *ccm* Arsenitlösung zufließen, schüttelt die sofort wieder verschlossene Flasche, bis der Tetrachlorkohlenstoff farblos geworden ist, gibt 20 *ccm* rauchende Salzsäure zu und lässt tropfenweise Bromatlösung zu, bis die wässrige Lösung deutlich gelb geworden ist. Dann lässt man soviel Arsenitlösung zufließen, bis ihre im ganzen verbrauchte Menge genau 20 *ccm* beträgt und titriert mit Kaliumbromatlösung, entweder unter behutsamem Umschwenken bis auf blasseitronengelbe Färbung der wässrigen Schicht, oder nach Zugabe von 2–3 Tropfen einer 5%igen Lösung von Jod in Tetrachlorkohlenstoff unter fleissigem Umschütteln bis zur Entfärbung des blassrosa gefärbtem Tetrachlorkohlenstoffs.

Die eigentliche Bestimmung wird folgendermaßen ausgeführt.

Man bringt in eine Stöpselflasche (wie oben) 10 *ccm* Tetrachlorkohlenstoff, lässt das Glaseimerchen mit dem abgewogenen Fett hineingleiten, gibt nach dem (gegebenenfalls durch Erwärmen bewirkten) Lösen des Fettes genau die 20 *ccm* der Arsenitlösung entsprechende Menge 0,1 n-Kaliumbromatlösung, 1 g Kaliumbromid und 10 *ccm* Salzsäure in die Flasche. Diese steckt man zum Schutz vor der Einwirkung des Lichtes in eine Papphülle mit Deckel, schüttelt 1 Minute lang, dann innerhalb

¹⁾ Arch. der Pharm. 265, 554 (1927).

von 5 Minuten noch mehrmals, lässt $\frac{1}{2}$ Stunde stehen, fügt 19,5 *ccm* Arsenitlösung zu und titriert nach Zusatz von 20 *ccm* konz. Salzsäure genau wie bei der Titerstellung der Arsenrichloridlösung (von der also im ganzen 20 *ccm* verbraucht werden) zu Ende. Der Gesamtverbrauch an Bromatlösung, abzüglich des 20 *ccm* Arsenitlösung entsprechenden Verbrauchs, mal $\frac{1,27}{n}$ ist die Jodbromzahl: hierbei bedeutet *n* die Einwage.

In einer weiteren Arbeit hat L. W. Winkler¹⁾ vergleichende Versuche über die Genauigkeit des oben beschriebenen Verfahrens und über den Einfluss der Wartezeit auf die Ergebnisse durchgeführt; er fasst seine Resultate in dem Satz zusammen: Das Verfahren des Arzneibuches in der verbesserten Ausführungsform (saure Arsenitlösung, kurze Wartezeit, Jod als Endanzeiger) ist unter allen Jodzählbestimmungsverfahren das genaueste, am schnellsten ausführbare und weitaus das billigste.

W. Fresenius.

2. Auf Handel, Industrie und Landwirtschaft bezügliche Methoden.

Von

H. Brückner.

Glas. Eine Nachprüfung der Standard-Griesprobe²⁾ der Deutschen Glastechnischen Gesellschaft durch H. Eisenlohr und H. Diehl³⁾ zur Feststellung der Wetterbeständigkeit von Glasuren hatte folgendes Ergebnis:

Die Löslichkeit bleifreier Glasuren ist nicht geringer als die von bleihaltigen, da erstere mehr Borsäure enthalten. Ebenso ist der Kieselsäuregehalt kein Maßstab für die Haltbarkeit der Glasuren, sondern nur für deren Schmelztemperatur. Im einzelnen wurde z. B. festgestellt, dass Glasuren mit Kegelschmelzpunkten innerhalb 700 und 900° gleiche Grieslöslichkeit aufweisen können.

Dagegen lässt sich die Grieslöslichkeit durch Herabsetzung des Borsäuregehaltes wesentlich erniedrigen, ferner ist die Auswahl und Menge der Alkali- und Erdalkalioxyde von grosser Bedeutung.

Zur Bestimmung des Alkaligehaltes in Glas haben R. D. Smith und P. Corbin⁴⁾ eine neue Methode ausgearbeitet, die auf einer Ausfällung sämtlicher Kationen (ausser den Alkalien) mit Oxalsäure und 8-Oxychinolin beruht. Für die Ausführung der Bestimmung wird folgende Arbeitsweise vorgeschlagen:

1 *g* oder mehr der feinst gepulverten Glasprobe wird in einem Platintiegel von 40 *ccm* Inhalt mit Wasser angefeuchtet, mit 2 *g* Oxalsäure und 20 *ccm* 48%iger Flußsäure versetzt; das Ganze wird unter Umrühren mit einem Platindraht zur Trockne gebracht und erhitzt, bis die überschüssige Oxalsäure ebenfalls verdampft ist. Je nach dem Aluminiumgehalt

¹⁾ Arch. der Pharm. **266**, 189 (1928). — ²⁾ Vergl. diese Ztschrft. **88**, 303 (1932). — ³⁾ Sprechsaal **65**, 42 (1932); durch Chem. Zentrbl. **103**, I, 1814 (1932). — ⁴⁾ Ind. Eng. Chem. Analytical Edition **4**, 137 (1932).