

titriert mit Zehntel-Normal-Natriumthiosulfatlösung bis zur Entfärbung. 100 T. Leinöl sollen nicht weniger als 150 T. Jod aufnehmen.“

5. *Oleum Olivarum*. „Zur Bestimmung der Jodaufnahmefähigkeit löst man 0,5 g Olivenöl in einer mit Glasstöpsel zu verschliessenden Flasche in 15 cc Chloroform, fügt je 25 cc weingeistige Jodlösung und weingeistige Quecksilberchloridlösung hinzu und lässt 4 Stunden lang an einem vor direktem Tageslicht geschützten Orte stehen. Alsdann versetzt man die Mischung mit 1,5 g Kaliumjodid und 100 cc Wasser und titriert mit Zehntel-Normal-Natriumthiosulfatlösung bis zur Entfärbung. 100 T. Olivenöl sollen nicht weniger als 80 und nicht mehr als 84 T. Jod aufnehmen.“

6. *Oleum Papaveris*. „Zur Bestimmung der Jodaufnahmefähigkeit löst man etwa 0,1 g Mohnöl in einer mit Glasstöpsel zu verschliessenden Flasche in 15 cc Chloroform, fügt je 25 cc weingeistige Jodlösung und weingeistige Quecksilberchloridlösung hinzu und lässt 18 Stunden lang an einem vor direktem Tageslicht geschützten Orte stehen. Alsdann versetzt man die Mischung mit 1,5 g Kaliumjodid und 100 cc Wasser und titriert mit Zehntel-Normal-Natriumthiosulfatlösung bis zur Entfärbung. 100 T. Mohnöl sollen nicht weniger als 130 und nicht mehr als 150 T. Jod aufnehmen.“

Kolophonium.

„Zur Bestimmung des Säuregehaltes löst man 1 g Kolophonium bei gewöhnlicher Temperatur in 25 cc weingeistiger Halb-Normal-Kalilauge auf und versetzt die Lösung, nach Zusatz von 10 Tropfen Phenolphthaleinlösung mit Halb-Normal-Salzsäure bis zur Entfärbung; hiezu sollen 18,6—19,6 cc Säure erforderlich sein.“

Das Kolophonium ist fein zerrieben abzuwägen. — Es berechnen sich, da auf 1 g 5,4—6,4 cc $\frac{1}{2}$ KOH erforderlich sind, $5,4 \cdot 0,02808 = 0,151632$ g und $6,4 \cdot 0,02808 = 0,179712$ g KOH, d. h. die Säurezahlen 151,6—179,7. — Vgl. pag. 130.

Wachs.

Soll gelbes Wachs untersucht werden, so ist gegebenen Falls zur Beseitigung mechanischer Verunreinigungen zu filtrieren; weisses Wachs wird wohl immer rein genug für die Vornahme der Prüfungen sein.

1. Bestimmung des spez. Gewichtes. (Arzneibuch.)

a. Gelbes Wachs. „Mischt man 2 T. Weingeist mit 7 T. Wasser, lässt diese Flüssigkeit bei 15° stehen, bis alle Luftblasen daraus verschwunden sind, und bringt kleine Kugeln von gelbem Wachs hinzu, so sollen diese in der Flüssigkeit

schweben oder doch zum Schweben gelangen, wenn durch Zusatz von Wasser das spez. Gewicht des verdünnten Weingeistes auf 0,962—0,966 gebracht worden ist. Die hiezu erforderlichen Wachskugeln werden so dargestellt, dass man das Wachs bei möglichst niedriger Temperatur schmilzt und tropfenweise in ein Becherglas mit Weingeist fallen lässt. Bevor die so erhaltenen, allseitig abgerundeten Körner zur Bestimmung des spez. Gewichtes benutzt werden, sollen sie 24 Stunden lang an der Luft liegen bleiben.“

Würde man einfach Stückchen Wachs abbrechen, so würden diese rauhen Stückchen leicht Luftblasen festhalten. — Frisch geschmolzenes Wachs hat direkt nach dem Erstarren niedrigeres spez. Gewicht; daher muss gewartet werden, bis Kontraktion eingetreten ist.

Die meisten Verfälschungen beeinflussen das spez. Gewicht merklich; Paraffin und Ceresin z. B. erniedrigen es, Harz erhöht es.

b. Weisses Wachs. Gilt die gleiche Vorschrift, nur steht 0,966—0,970 als spez. Gewicht.

2. Bestimmung des Schmelzpunktes: ist pag. 127 zu vergleichen! Verlangt für gelbes Wachs 63—64°, für weisses Wachs 64°.

3. Bestimmung der Säure- und Aetherzahl.

a. Gelbes Wachs. Werden 5 g gelbes Wachs mit 50 cc Weingeist auf dem Wasserbade bis zum beginnenden Sieden erwärmt, und wird, nach Zusatz von 20 Tropfen Phenolphthaleinlösung, weingeistige Halbnormal-Kalilauge zugesetzt, so sollen zur Rötung 3,3—4,3 cc Lauge erforderlich sein. Fügt man darauf weitere 20 cc derselben Kalilauge hinzu, erhitzt die Mischung $\frac{1}{2}$ Stunde lang im Wasserbade und setzt Halbnormal-Salzsäure hinzu, so sollen zur Bindung der überschüssigen Lauge 6,5—7 cc Säure erforderlich sein.“

b. Weisses Wachs. Gleiche Vorschrift.

Vgl. pag. 130. — Es wird zunächst die Säurezahl bestimmt. $3,3 \text{ cc} = 3,3 \cdot 0,02808 = 0,092664 \text{ g KOH}$; $4,3 \text{ cc} = 4,3 \cdot 0,02808 = 0,120744 \text{ g KOH}$. Verwendet 5 g; Säurezahl also 18,5 bis 24,1. — Dann werden zur Bestimmung der Aetherzahl 20 cc Lauge zugesetzt etc. Zum Zurücktitrieren verbraucht 6,5—7 cc Säure. Wir haben also $20 - 7 = 13 \text{ cc} = 13 \cdot 0,02808 = 0,36504 \text{ g KOH}$; $20 - 6,5 = 13,5 \text{ cc} = 13,5 \cdot 0,02808 = 0,37908 \text{ g KOH}$. Verwendet 5 g; Aetherzahl also noch 73,0—75,8.

4. Weitere Prüfungen.

a. In siedendem Weingeiste löst sich gelbes Wachs mehr oder minder bis auf einen gelben Rückstand auf, von dem 1 Teil in 10 Teilen erwärmtem Chloroform löslich ist. — Es wird die gesamte Cerotinsäure und etwas Myricin gelöst. Das rückständige Myricin löst sich dann im erwärmtem Chloroform vollständig.

b. α . Gelbes Wachs.

„Wird 1 g gelbes Wachs mit 20 cc Weingeist während einiger Minuten gekocht und nach einer Stunde abfiltriert, so soll die erkaltete, fast farblose Flüssigkeit weder blaues Lackmuspapier röten, noch durch hinzugefügtes Wasser stark getrübt werden.“

„Wird 1 g gelbes Wachs mit 10 cc Wasser und 3 g Natriumcarbonat bis zum lebhaften Sieden erhitzt, so soll sich nach dem Erkalten das Wachs über der Salzlösung wieder abscheiden. Diese selbst darf nicht mehr als opalisierend getrübt erscheinen.“

β . Für weisses Wachs gelten die gleichen Vorschriften; nur muss die alkohol. Flüssigkeit nach dem Erkalten farblos sein.

Eventuell vorhandene Stearinsäure (angeblich auch Pflanzenwachs und Talg) würde verseift werden und die Abscheidung des Wachses mehr oder weniger unvollkommen machen; es würde die ganze Masse infolge Seifebildung milchig trüb oder dick erscheinen. (Jedenfalls Vergleichsprobe mit reinem Wachs!)

Für letztere Probe substituiere man die

c. Boraxprobe. Man kocht 1 g Wachs mit 20 cc kalt gesättigter Boraxlösung im Reagensglase auf und lässt erkalten. Das Wachs muss sich vollständig wieder abscheiden und die untenstehende Flüssigkeit muss klar erscheinen.

d. Prüfung nach *Weinwurm* auf Paraffin oder Ceresin. Die Methode, welche sich auch für den Nachweis von 5% Harz eignen soll, beruht auf folgendem: Eine heisse wässrige Glycerinlösung vermag die unverseifbaren Bestandteile des Bienenwachses in Lösung zu halten, während Zusätze von Paraffin und Ceresin abgeschieden werden. „5 g eventuell filtriertes Bienenwachs werden mit 25 cc alkohol. $\frac{1}{2}$ Normalkali verseift unter gleichzeitigem Abdampfen des Alkohols, was durch Einhängen des Kolbens in ein kochendes Wasserbad leicht zu erreichen ist; dann werden 20 cc Glycerin zugefügt, bis zur völligen Lösung im Wasserbad erwärmt und dann noch einige Minuten darin weiter erhitzt. Fügt man jetzt ca. 100 cc kochend heisses Wasser hinzu, so erhält man bei ächtem Bienenwachs eine mehr oder weniger klare, durchsichtige bis durchscheinende Lösung. Legt man ein mit normaler Letterngröße bedrucktes Papier unter den Kolben, so muss die Schrift vollkommen leserlich sein. Sind dem ächten Wachs 5% Ceresin oder Harz beigemischt, so erhält man eine trübe Lösung, welche das Lesen derselben Druckschrift nicht mehr zulässt. Wird diese Probe mit gebleichtem Bienenwachs ausgeführt, so erhält man ohne Ceresin eine vollkommen klare und durchsichtige, mit Ceresin jedoch eine schwach getrübe Lösung. Zusatz von 8% Ceresin bringt schon starken Niederschlag hervor.“

„Liefert ein Wachsmuster bei Bestimmung der Säure- und Aetherzahl normale oder wenig abweichende Zahlen, so werden 5 g, wie oben angegeben, verseift. Erhält man eine Lösung, welche das Lesen der Druckschrift vollkommen zulässt, so ist die Probe entweder frei von Ceresin und Harz, oder sie enthält bis 3% dieser Substanzen. Führt man einen zweiten Versuch aus und fügt vor der Verseifung 5% Ceresin = 0,25 g hinzu, so erhält man entweder eine schwach trübe Lösung, welche angeht, dass ursprünglich kein Ceresin vorhanden war, oder man erhält einen starken Niederschlag, welcher darauf hindeutet, dass ursprünglich mindestens 3% Ceresin vorhanden waren. Erhält man schon bei der ersten Verseifung eine trübe Lösung, so sind 5% Ceresin oder Harz nachgewiesen. Fügt man bei neuerlicher Verseifung 3% Ceresin = 0,15 g hinzu und erhält nach obigem Verfahren einen Niederschlag, so sind ca. 5% Ceresin in dem Bienenwachs vorhanden, erhält man jedoch wieder nur eine Trübung, so ist die Anwesenheit von Ceresin ausgeschlossen. Da Ceresin in fast allen Wachskompositionen vorhanden ist, so genügt schon diese Methode allein, um eine derartige Verfälschung zu erkennen. Eine Ausnahme bildet die Verwendung von Carnaubawachs und Stearinsäure, bei welcher Komposition jedoch soviel Stearinsäure notwendig ist, dass deren Nachweis mit Leichtigkeit gelingt.“

e. Prüfung auf Fichtenharz nach *Donath-Schmidt*.

5 g der Probe werden mit der 4–5fachen Menge Salpetersäure (1,32–1,36) eine Minute lang gekocht. Die abgekühlte Flüssigkeit wird mit dem gleichen Volumen Wasser verdünnt und mit Ammoniak stark alkalisch gemacht. Bei reinem Wachs ist die abgegossene Flüssigkeit gelb gefärbt, bei Gegenwart von Harz mehr oder weniger rotbraun. — Eventuell kann auch der durch 50prozentigen Alkohol aus dem Wachs extrahierte Anteil, welcher das Harz enthält, zur Probe verwendet werden. Durch Wägung des Rückstandes von der Alkoholextraktion kann auch näherungsweise die Menge des Harzes gefunden werden, da verdünnter Alkohol Cerotinsäure und Stearinsäure kaum löst.

f. Prüfung auf fremde Farbstoffe und Verunreinigung.

Kocht man naturgelbes Wachs mit Alkohol, so nimmt dieser nur blassgelbe Färbung an; Farbstoffe (*Curcuma*, *Gutti*) würden in Lösung gehen. — Löst man Wachs in Chloroform unter gelindem Erwärmen, so soll die Lösung klar oder nur wenig getrübt sein und weder Abscheidung von Wasserblasen noch von mechanischen Verunreinigungen zeigen.

5. v. *Hübl* bemerkt bezüglich der Beurteilung folgendes: Findet man die Verseifungszahl unter 92 und ist zugleich die Verhältniszahl die des reinen Wachses, so ist Ceresin oder Paraffin beigemischt. Ist die Verhältniszahl grösser

als 3,8, so ist wahrscheinlich Japanwachs, Carnaubawachs oder Unschlitt zugesetzt. Ist dabei die Säurezahl kleiner als 20, so ist Japanwachs ausgeschlossen. Ist die Verhältniszahl kleiner als 3,6, so ist Stearinsäure oder Harz zugesetzt.

Bei künstlich (mit Kaliumdichromat und Schwefelsäure) gebleichtem Wachs ist die Säurezahl erhöht, die Verhältniszahl (s. u.) kann also erniedrigt erscheinen, die Aetherzahl bleibt die gleiche.

Ueber die Fälschungsmittel giebt die Tabelle von *Hübl-Allen* Aufschluss:

	Säurezahl	Esterzahl	Verseifungszahl	Verhältniszahl
Bienenwachs, gelbes	20	75	95	3,75
chemisch gebleicht	24	71	95	2,96
Spermacet	Spuren	128	128	—
Carnaubawachs	4—8	76	80—84	9,5—19
Chines. Wachs	Spuren	63	63	—
Japanwachs	20	195	215	9,75
Myrthenwachs	3	205	208	68,3
Talg und Presstalg	10	185	195	18,5
Stearinsäure, technisch	200	0	200	0
Kolophonium	180	10	190	0,056
Paraffin und Ceresin	0	0	0	—

(Die Verhältniszahl giebt das Verhältnis der Esterzahl zur Säurezahl an.)

Seife.

1. Allgemeine Methoden.

a. Bestimmung des Wassergehaltes. Eine z. B. durch Ausbohren mittelst eines Korkbohrers entnommene Durchschnittsprobe schabe man fein; von dem so erhaltenen Schabsei wäge man in ein weites Wäagegläschen 5—10 g ab, trockne zunächst bei 60—70°, dann im Wassertrockenschrank bis zu konstantem Gewicht. (Wird für d reserviert!) — Gute gewöhnliche Hausseife wird bei 100° nicht mehr als 20%, gute Kernseife nicht mehr als 10—15% Wasser abgeben. (Arzneimittel bei *Sapo domesticus*. „10 Teile der in dünne Scheiben zerschnittenen Seife sollen durch Trocknen bei 100° nicht mehr als 2 Teile an Gewicht verlieren.“ Ebenso bei *Sapo oleaceus*.)

b. Fettsäurebestimmung. Zur Bestimmung des Fettsäuregehaltes löst man 10 g einer zerkleinerten Durchschnittsprobe in einer samt einem kleinen Glasstabe gewogenen Glasschale (oder Becherglas) in wenig Wasser, giebt 10 g verdünnter Schwefelsäure (1:5) zu und kocht (bei aufgelegtem Uhrglase) so lange, bis die Fettsäuren in vollkommen klarer