

„Löst man 5 g Schmierseife in 10 cc heissem Wasser und versetzt 1 Raumteil der erkalteten Lösung mit 1 Raumteil Weingeist, so soll die Mischung klar bleiben und auch nach Zusatz von 2 Tropfen Salzsäure einen flockigen Niederschlag nicht abscheiden“.

Beim Lösen in Wasser könnten unlösliche mineralische Zusätze, sowie Stärke u. s. w. ungelöst bleiben (Prüfung!); beim Zumischen von Alkohol könnten wasserlösliche Stoffe, z. B. Wasserglas (Prüfung!) gefällt werden, beim Salzsäurezusatz könnte Harz ausgeschieden werden.

Ferner ist Bestimmung des Fettsäuregehaltes vorgeschrieben.

„Zur Bestimmung des Fettsäuregehaltes löst man 5 g Schmierseife in 100 cc heissem Wasser. Die Lösung wird in einem Arzneiglase mit 10 cc verdünnter Schwefelsäure versetzt und im Wasserbade so lange erwärmt, bis die ausgeschiedene Fettsäure klar auf der wässrigen Flüssigkeit schwimmt. Der erkalteten Flüssigkeit setzt man 50 cc Petroleumbenzin zu, verschliesst das Glas und bewegt es, bis die Lösung der Fettsäure erfolgt ist. 25 cc dieser Lösung lässt man im Becherglase bei gelinder Wärme verdunsten und trocknet den Rückstand bis zum gleichbleibenden Gewicht bei einer 75° nicht übersteigenden Temperatur. Das Gewicht des Rückstandes soll mindestens 1 g betragen.

Vgl. pag. 143. Die Fettsäure wird hier noch in Petroleumbenzin aufgenommen. — Der Gehalt an Fettsäuren, als Säuren, nicht als Anhydride berechnet, soll nach Obigem 40% betragen.

c. *Sapo medicatus*.

„Eine durch gelindes Erwärmen hergestellte Lösung von 1 g medizinischer Seife in 5 cc Weingeist soll, nach Zusatz von 1 Tropfen Phenolphthaleinlösung, nicht gerötet und durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden.“

Abwesenheit freien Alkalis, Prüfung auf Metalle.

## Glycerin.

### a. Gehaltsbestimmung.

Erfolgt bei reineren Sorten durch Bestimmung des spez. Gewichts; die zugehörigen Glycerinprocente sind aus der beigefügten Tabelle pag. 147 zu entnehmen oder zu berechnen.

Bei stärker mit anorganischen Stoffen verunreinigtem Glycerin ermittelt man den Gehalt durch Bestimmung mit Permanganat: 0,2—0,3 g Glycerin werden mit Wasser verdünnt, zur Lösung 10 g Aetzkali und dann bei gewöhnlicher Temperatur soviel einer ca. 5%igen Kaliumpermanganatlösung zugegeben, dass die Flüssigkeit nicht mehr grün, sondern blau oder schwärzlich gefärbt erscheint. Sodann er-

## Spez. Gewicht der Glycerinlösungen bei 12—14° C.

(Lenz)

100	1,2691	45	1,1183
95	1,2557	40	1,1045
90	1,2425	35	1,0907
85	1,2292	30	1,0771
80	1,2159	25	1,0635
75	1,2016	20	1,0498
70	1,1889	15	1,0374
65	1,1733	10	1,0245
60	1,1582	5	1,0123
55	1,1455	0	1,0000
50	1,1320		

hitzt man zum Kochen, wobei Manganhyperoxydhydrat ausfällt und die Flüssigkeit rot wird; nun tropft man soviel wässrige schweflige Säure hinzu, als zur Entfärbung notwendig ist, filtriert und wäscht mit heissem Wasser gut aus. Die durch Oxydation aus dem Glycerin entstandene Oxalsäure wird nun, nach Ansäuern mit Essigsäure, durch Chlorcalcium als Oxalat gefällt. Das unreine, bes. Kieselsäure und Gips enthaltende Oxalat wird auf dem Filter gesammelt, ausgewaschen, noch feucht in ein Becherglas gespritzt, in verdünnter Schwefelsäure unter Erwärmen gelöst und in bekannter Weise mit Kaliumpermanganatlösung von bekanntem Gehalt titriert.  $316 \text{ Teile } \text{MnO}^4\text{K} = 90\text{C}^2\text{O}^4\text{H}^2 = 126\text{C}^2\text{O}^4\text{H}^2 \cdot 2\text{H}^2\text{O} = 92\text{C}^2\text{H}^8\text{O}^3$ . — Man kann auch den Niederschlag von Calciumoxalat durch Glühen in Calciumoxyd überführen, dieses in  $\frac{1}{2}$  Normalsalzsäure lösen und die überschüssige Säure dann zurücktitrieren.  $35,5 \text{ g HCl} = 28 \text{ g CaO} = 46 \text{ g C}^2\text{H}^8\text{O}^3$ .

b. Prüfung auf Reinheit nach dem Arzneibuch.

1. Glycerin sei neutral, klar, farb- und geruchlos.

2. „Eine Mischung aus 1 cc Glycerin und 3 cc Zinnchlorür-lösung soll im Laufe einer Stunde eine dunklere Färbung nicht annehmen.“ — Prüfung auf Arsen.

3. „Mit 5 Teilen Wasser verdünnt, soll Glycerin weder durch Schwefelwasserstoffwasser, noch durch Baryumnitrat-, Ammoniumoxalat- oder Calciumchloridlösung verändert werden; durch Silbernitratlösung darf es höchstens opalisierend getrübt werden.“ — Prüfung auf Metalle, Sulfate, Kalk und Oxalsäure (von der Darstellung herrührend), dann auf Chloride.

4. „5 cc Glycerin sollen in offener Schale bis zum Sieden erhitzt und angezündet, vollständig bis auf einen dunklen Anflug, der bei stärkerem Erhitzen verschwindet, verbrennen.“ Prüfung auf anorganische Beimengungen; schwerverbrennliche Kohle würde auf organische Beimengungen (Zucker) deuten.

Zu annähernder quantitativer Bestimmung erhitzt man etwa 5 g des Glycerins (nach *L. Mayer*) in einer ge-

wogenen Platinschale auf einer Asbestplatte mit ganz kleiner Flamme. Es verflüchtigt sich das Glycerin ziemlich rasch und ohne Zersetzung. Der Rückstand wird gewogen; er besteht aus den anorganischen und organischen Verunreinigungen. Dann wird eingäschert und wieder gewogen; das Gewicht der Asche entspricht den anorganischen, die Differenz beider Wägungen den organischen Beimengungen.

5. „Wird eine Mischung aus 1 g Glycerin und 1 cc Ammoniakflüssigkeit im Wasserbade auf 60° erwärmt und dann sofort mit 3 Tropfen Silbernitratlösung versetzt, so soll innerhalb 5 Minuten in dieser Mischung weder eine Färbung, noch eine braunschwarze Ausscheidung erfolgen.“ Prüfung auf Acrolein, Ameisensäure.

6. „1 cc Glycerin soll, mit 1 cc Natronlauge erwärmt, sich weder färben, noch Ammoniak oder einen Geruch nach leimartigen Substanzen entwickeln. 1 cc Glycerin soll mit verdünnter Schwefelsäure gelinde erwärmt, einen unangenehmen ranzigen Geruch nicht abgeben.“ Prüfung mit Natronlauge auf Traubenzucker (Färbung!) und auf Melasse (Ammoniak!); mit Schwefelsäure auf Buttersäure. — Bezüglich Zucker vgl. 4! Eventueller Nachweis von Traubenzucker, resp. Rohrzucker (nach Inversion!) mit *Fehling'scher* Lösung.

### Wein.

Zur Ausführung der Bestimmungen wird der Wein bei 15° C. abgemessen; die Resultate sind in Grammen pro 100 cc Wein anzugeben.

#### 1. Bestimmung des spez. Gewichtes.

Erfolgt mittelst Pyknometers (amtliche Methode!) oder mittelst der *Westphal'schen* Wage bei 15° C.

#### 2. Bestimmung des Alkohols.

In ein Kölbchen von 150—200 cc Inhalt giebt man 50 cc Wein, fügt hiezu zur Verhinderung etwaigen Schäumens ein wenig Tannin und verbindet den Kolben durch Gummistopfen und Kugelhöhre mit einem *Liebig'schen* Kühler: als Vorlage benutzt man ein 50 cc fassendes Pyknometer. Nunmehr destilliert man, bis etwa 35 cc Flüssigkeit übergegangen sind, füllt das Pyknometer bei 15° (unter guter Durchmischung) mit Wasser zu 50 cc auf und bestimmt das spez. Gewicht der Flüssigkeit, wie bei 1. Aus dem spez. Gewicht ist der Alkoholgehalt nach der *Windisch'schen* Alkoholtabelle zu entnehmen oder zu berechnen. (Siehe S. 149.)

#### 3. Bestimmung des Extraktes.

Da das für die Bestimmung des Extraktgehaltes zu wählende Verfahren sich nach der Extraktmenge richtet, so berechnet man zunächst den Wert von  $x$  aus nachstehender Formel:

$$x = 1 + s - s^2.$$