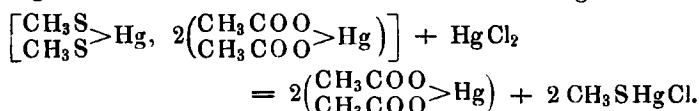


wie man sie durch Einwirkung von Chlorwasserstoff oder Quecksilberchlorid auf Quecksilbermethylmercaptid, oder von Quecksilberchlorid auf Mercaptan erhält, nämlich CH_3SHgCl ,

Gefunden	Ber. für CH_3SHgCl
Hg 71.35	70.79 pCt.

Diese Umsetzung, durch welche wegen der Schwerlöslichkeit letzterer Verbindung annähernd alles Mercaptan in Form eines Niederschlages erhalten wird, lässt sich durch die Gleichung ausdrücken:



Die Menge des gewonnenen Mercaptans konnte nunmehr ermittelt werden, indem die durch Essigsäure erzielte Lösung, welche neben der neuen Verbindung noch überschüssiges Quecksilberacetat enthielt, mit Quecksilberchlorid versetzt wurde. Aus dem Gewicht des ausfallenden CH_3SHgCl ergibt sich die Menge des Mercaptans.

Zur Bestimmung von Mercaptan dürfte indess der bekannte einfachere Weg zu empfehlen sein, das Gas in Quecksilbercyanidlösung oder Bleiacetatlösung zu leiten; schwer lösliches Quecksilbermercaptid bez. Bleimercaptid fällt dann aus. Der obige Weg wäre nur zu empfehlen, falls ein Gemenge eines Mercaptids mit Quecksilberoxyd vorliegt, in welchem die Menge des Mercaptans ermittelt werden soll.

4. J. Lewkowitsch: Zur quantitativen Bestimmung des Cholesterins.

(Eingegangen am 4. Januar; mitgeteilt in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

Obermüller's Mittheilung über den in der Ueberschrift ange deuteten Gegenstand (Zeitschr. f. physiolog. Chemie 1891 p. 143) veranlasst mich aus einer demnächst zu publicirenden Abhandlung technologischen Inhaltes meine schon vor längerer Zeit ausgearbeiteten Methoden zur quantitativen Bestimmung des Cholesterins anzuführen. Es lag nahe, die bei der Analyse der Fette gebräuchlichen Methoden anzuwenden, indem man einerseits die Alkoholnatur des Cholesterins berücksichtigt, andererseits der durch die Existenz des Cholesterindibromids (Wislicenus, Moldenhauer, Ann. Chem. Pharm. 146, p. 178) angezeigten Aufnahmefähigkeit für Brom (also auch Jod) Rechnung trägt.

Es war daher nur nöthig zu bestimmen, ob sich Cholesterin quantitativ in das Acetat resp. Dijodid überführen lässt, wobei es gar nicht erforderlich ist, diese Derivate zu isoliren, da man den quantitativen Verlauf der Reactionen aus der Verseifungszahl — nach Köttstörfer — und die Aufnahmefähigkeit für Jod — nach v. Hübl — leicht bestimmen konnte. Die folgenden Angaben zeigen, dass beide Reactionen quantitativ verlaufen und somit sich vorzüglich zur quantitativen Bestimmung des Cholesterins als solches oder in Gemischen mit anderen die Reactionen nicht beeinflussenden Fettsubstanzen eignen.

I. Acetatmethode.

Reines Cholesterin (von Kahlbaum bezogen) wurde mit der $1\frac{1}{2}$ fachen Menge Acetanhydrids am Rückflusskühler gekocht, das Reactionsproduct auf dem Filter mit warmem Wasser gewaschen, bis die saure Reaction verschwunden war, und das Filter sammt Niederschlag in einem Kolben mit einer genau gemessenen Menge titrirter alkoholischer Kalilösung gekocht. Das verbrauchte Alkali wurde durch Zurücktitriren des Ueberschusses bestimmt.

- I. 1.5681 g Cholesterin in das Acetat übergeführt, verbrauchten bei der Verseifung 8.55 ccm $\frac{1}{2}$ norm. Kalilauge; Verseifungszahl: 137.4.
- II. 1.9608 g in gleicher Weise behandelt, erforderten 10.3 ccm $\frac{1}{2}$ norm. Kalilauge. Verseifungszahl 132.4.

Die Theorie fordert für $C_{26}H_{48}O \cdot C_2H_5O$ die Verseifungszahl 135.5.

II. Jodadditionsmethode.

Das Cholesterin wurde in 50 ccm Chloroform gelöst und mit je 25 ccm einer nach v. Hübl bereiteten Lösung von Jod und Quecksilberchlorid in Alkohol versetzt. Ein blinder Versuch wurde gleichzeitig angestellt.

- I. 0.606 g Cholesterin nahmen eine Jodmenge auf entsprechend: 35.9 ccm einer Hyposulfidlösung, von der 17.4 ccm einer Menge von 0.2 g Jod entsprachen, daher Jodzahl 68.09.
- II. 0.5617 Cholesterin erforderten 33.65 ccm derselben Hyposulfidlösung; Jodzahl 67.3.

Die Theorie fordert für $C_{26}H_{44}O$ die Jodzahl: 68.3.

Zum Schluss sei noch bemerkt, dass die Liebermann'sche Cholestolreaction (Essigsäureanhydrid und concentrirte Schwefelsäure) sehr leicht mit der Storch'schen Harzreaction verwechselt werden und somit zu Irrthümern Anlass geben kann.