Zum Beispiel:

links		rechts
20 <i>ccm</i> Analysenlösung		20 <i>ccm</i> Analysenlösung
+ 2 <i>ccm</i> Neutralrotlösung		+ 2 <i>ccm</i> dest. Wasser
+ 0,90 <i>ccm</i> $\frac{n}{10}$ Na OH		+ 1,10 <i>ccm</i> $\frac{n}{10}$ Na OH
+ 0,10 » » »		
Summe 1,00 <i>ccm</i> $\frac{n}{10}$ Na OH	Neutralrotneutralität	1,10 <i>ccm</i> $\frac{n}{10}$ Na OH
+ 2,10 <i>ccm</i> Phenolphthaleinlösung		+ 2 <i>ccm</i> Neutralrotlösg.
+ 2,25 <i>ccm</i> $\frac{n}{10}$ Na OH		+ 2 <i>ccm</i> $\frac{n}{10}$ Na OH
+ 0,10 » » »		+ 0,35 <i>ccm</i> $\frac{n}{10}$ Na OH
Summe 2,35 <i>ccm</i> $\frac{n}{10}$ Na OH	Phenolphthalein- neutralität	2,35 <i>ccm</i> $\frac{n}{10}$ Na OH
Gesamtverbrauch		
3,35 <i>ccm</i> $\frac{n}{10}$ Na OH		3,45 <i>ccm</i> $\frac{n}{10}$ Na OH

Daraus errechnet sich der prozentuelle Gehalt der Gesamtsäure an Neutralrotsäure nach

$$3,35 : 1,00 = 100 : x = 29,8\% \text{ Neutralrotsäure.}$$

Es kommt nun häufig der Fall vor, dass sowohl die auf enzymatischem Wege beim Digerieren von Zerealien mit Wasser gebildete Säure, als auch die in denselben präexistierende Säure bestimmt werden sollen.

Man verfährt zu diesem Zwecke wie folgt¹⁾:

Die enzymatisch gebildete Säure ermittelt man derart, dass man das feingemahlene Material mit Wasser unter Zusatz von 0,5 *ccm* Toluol bei 53° 3 Stdn. maischt, nach dem Abkühlen auf ein passendes Gewicht aufwägt oder auf ein Volumen auffüllt und im Filtrat wie oben die Titration ausführt.

Zur Bestimmung der präexistierenden Säure muss das Material abgetötet werden, zu welchem Behufe man das Mehl nach Lintner-Mason²⁾ mit Alkohol (80 *ccm* auf 40 *g* Mehl) übergiesst und diesen im Wasserbad bei aufgelegtem Uhrglas in gelindem Sieden hält. Bevor die letzten Anteile verdampfen, ist tüchtig mit einem Glasstab zu rühren, um Spratzen zu verhindern. Der Alkohol wird unter Steigern der Wasserbadtemperatur und öfterem Durchrühren völlig verdampft, so dass das resultierende Mehl das gleiche Aussehen wie vorher hat und kein Alkoholgeruch beim Umrühren mehr wahrzunehmen ist. Nach dem Erkalten wird bei Zimmertemperatur 3 Stdn. digeriert, auf ein passendes Gewicht aufgewogen und im Filtrat wie oben die Säure ermittelt. Die Berechnung erfolgt als Millival (*ccm* n-) Säure pro 100 *g* Trockensubstanz.

H. Lüers.

Zur Formoltitration in Würze, Bier, Zerealienextrakten etc. macht sich L. Adler³⁾ das Titrierkoloriskop, wie es von H. Lüers

¹⁾ Lüers u. Adler, l. c. — ²⁾ Ztschrft. f. d. ges. Brauw. 26, 457 (1903). — ³⁾ Ztschrft. f. d. ges. Brauw. 38, 241 (1915).

zur Säurebestimmung eingeführt wurde, zunutze. H. Lüers¹⁾ hat vor kurzer Zeit eine weitere Verbesserung der Methodik eingeführt, so dass nunmehr das Verfahren einen hohen Grad der Genauigkeit erreicht hat. Der Gang der Analyse ist folgender:

In einem 100 *ccm*-Kölbchen werden 80 *ccm* der zu titrierenden Lösung mit 1 *g* Baryumchlorid versetzt und mit gesättigtem Barytwasser zur Marke aufgefüllt. Bei stark sauren Lösungen muss mit starker NaOH vorneutralisiert werden. Nach 10 Minuten langem Stehen wird das ausgeschiedene Ba-Phosphat, -Karbonat etc. abfiltriert und vom klaren Filtrat, das stark alkalische Reaktion besitzen muss, je 20 *ccm* in die beiden Gläser I und II des Titrierkoloriskops abpipettiert. Zu Glas I gibt man 2 *ccm* Neutralrotlösung, zu Glas II 2 *ccm* Wasser, an die Stelle von Glas III wird die Neutralrotvergleichslösung eingesetzt. Links wird nun zuerst mit $\frac{n}{2}$, und wenn der Indikator anzusprechen beginnt, mit $\frac{n}{10}$ HCl auf Farbgleichheit titriert und vor der Schlusstitration auch rechts die gleiche Anzahl *ccm* $\frac{n}{2}$, bzw. $\frac{n}{10}$ HCl zugesetzt. Nunmehr ist die Lösung gegen Neutralrot neutral und die eigentliche Formoltitration kann beginnen. Man setzt links 2 *ccm* Phenolphthaleinlösung und 10 *ccm* einer neutralen Formolmischung zu, die man derart bereitet, dass man z. B. 30 *ccm* Formol mit 3 *ccm* Phenolphthaleinlösung mischt und mit NaOH bis zum eben wahrnehmbaren schwachroten Ton neutralisiert. Rechts gibt man 2 *ccm* Neutralrotlösung und 10 *ccm* ausgekochtes dest. Wasser zu. An Stelle der Neutralrotvergleichslösung im Raum III setzt man die Phenolphthaleinvergleichslösung ein. Rechts führt man nun die rote Farbe durch Zusatz von $\frac{n}{10}$ NaOH (2—4 *ccm*) in rein Gelb über und titriert links auf Farbgleichheit, wobei man bemerkt, wie die rote Farbe des Neutralrots allmählich in Gelb übergeht, um durch Ansprechen des Phenolphthaleins neuerlich nach Rot sich zu verändern.

Am Schlusse jeder Serie wird ein blinder Versuch mit der Formolmischung ausgeführt, indem man in Glas I 10 *ccm* der Mischung, ferner 2 *ccm* Phenolphthaleinlösung und so viel Wasser gibt, als das Durchschnitts-Endvolumen der Analysenlösung betrug. An Stelle von II setzt man die Phenolphthaleinvergleichslösung und titriert mit $\frac{n}{10}$ NaOH auf Farbgleichheit; es werden normalerweise 0,25—0,40 *ccm* $\frac{n}{10}$ NaOH verbraucht, die vom Resultat in Abzug zu bringen sind. Das Ergebnis wird entweder in *mg* N oder als Millival auf 100 *g* Trockensubstanz ausgedrückt.

Will man den auf enzymatischem Wege in Zerealienextrakten entstehenden Amidstickstoff ermitteln, so digeriert man das Material (Mehl, Schrot etc.) 3 Stdn. bei 47° C unter Zusatz von 0,5 *ccm* Toluol und verfährt nach Aufwägen auf ein passendes Gewicht im Filtrat wie oben angegeben. Der präexistierende Amidstickstoff wird nach Abtöten

¹⁾ Biochem. Ztschrft. **104**, 31 (1920); s. a. L. Grünhut, Ztschrft. f. Unters. d. Nahrungs- u. Genussm. **37**, 304 (1919); s. a. das vorige Referat in dieser Ztschrft.: Die kolorimetrische Säurebestimmung in Würze, Bier, Zerealienextrakten etc.

des Materials mit Alkohol nach Lintner-Mason und Digestion bei Zimmertemperatur während 3 Stdn. im Filtrat ermittelt. H. Lüers.

2. Auf Handel, Industrie und Landwirtschaft bezügliche Methoden.

Ein Verfahren zur Veraschung organischer Substanzen für die Bestimmung von Kali geben P. L. Blumenthal, A. M. Peter, D. J. Healy und E. J. Gott¹⁾ an. Dasselbe vermeidet die sonst häufig durch Versprühen oder Verflüchtigung eintretenden Verluste, die namentlich bei Substanzen ins Gewicht fallen, die neben viel organischer Substanz nur geringe Kaliummengen enthalten, und wird so ausgeführt, dass man zunächst nicht über freier Flamme, sondern in einem Muffelofen verascht und die verkohlte Substanz behufs weiterer Oxydierung mit einem Gemisch von Salpeter- und Schwefelsäure abraucht. Dies bietet den Vorteil, dass das vorhandene Kaliumkarbonat in das weit beständigere Kaliumsulfat übergeht.

Handelt es sich um eine organische Substanz enthaltende Lösung mit einem Gehalt von etwa 4—21 mg Kali, so dampft man mit 10 ccm gleicher Teile von molarer Salpetersäurelösung und von Schwefelsäure (1:1) zur Trockene und verascht dann im Muffelofen, bis der Rückstand rein weiss geworden ist. Für die Kalibestimmung empfehlen die Verfasser folgende Arbeitsweise.

Man übergiesst den Veraschungsrückstand mit 2—4 ccm Salzsäure (1:1), lässt über Nacht stehen, filtriert und wäscht mit heissem Wasser aus. Dann dampft man mit einem geringen Überschuss an Platinchlorid zur Trockene, nimmt mit angesäuertem Alkohol auf, lässt absitzen und dekantiert die klare überstehende Flüssigkeit durch ein Asbestfilterrohr. Man wäscht nun weiter zunächst mit angesäuertem, dann mit 80%igem Alkohol durch Dekantation aus, ersetzt den Alkohol, um etwa vorhandene Spuren von Magnesium- und Kupfersulfat zu lösen, durch chlorammonhaltiges Wasser und bringt, sobald dieses klar abläuft, den Niederschlag auf das Asbestfilter, wäscht nochmals mit 80%igem Alkohol, trocknet 1 Stde. bei 98° und wägt.

Der Niederschlag wird jetzt mit heissem Wasser gelöst und das Filterröhrchen nach Auswaschen des Asbests mit Alkohol und Trocknen bei 98° wieder gewogen. Aus der Gewichts Differenz ergibt sich die Menge des Kaliumplatinchlorids.

Czapski.

Über die Bestimmung geringer Eisen- und Tonerdenmengen in Nahrungsmitteln, tierischen Organen u. dergl., welche wegen der bedeutenden Mengen vorhandener organischer Substanz und wegen der gleichzeitigen Anwesenheit von Phosphorsäure, Kalk und Magnesia in der Asche grosse Schwierigkeiten verursacht, hat Ragnar Berg²⁾ Untersuchungen angestellt.

¹⁾ Journ. Ind. Eng. Chem. 9, 753 (1917); durch Chem. Zentrbl. 89, I, 1067 (1918). — ²⁾ Chem. Ztg. 41, 50 (1917).