den, kurzhalsigen Kölbchen befindet, tropfen und leitet das entwickelte Gas in einen Aspirator, in dem sich 500—1000 *ccm* Wasser befinden. Während der Operation ist die Temperatur im Entwicklungsgefäß am besten auf etwa 100° zu halten.

IV. Spezielle analytische Methoden.

1. Auf Lebensmittel, Gesundheitspflege, Handel, Industrie und Landwirtschaft bezügliche.

Von

L. Grünhut.

Die Verwendung des Nitrons zur Salpetersäurebestimmung in Flüssigkeiten, die viel organische Substanzen enthielten, studierten H. Franzen und E. Löhmann¹⁾. Sie standen vor der Aufgabe, in einer Bakterienkulturflüssigkeit Salpetersäure und salpetrige Säure bestimmen zu müssen. Es war die Frage, ob das Verfahren von M. Busch²⁾ auch bei Gegenwart der grossen Mengen organischer Substanz anwendbar ist, wie sie die Nährboden-Bouillon enthielt. Dasselbe beruht darauf, dass einmal die salpetrige Säure durch Wasserstoffperoxyd zu Salpetersäure oxydiert und mit der primär vorhandenen Salpetersäure zusammen durch Nitron gefällt wird. Dann wird in einem zweiten Teil der Substanz die salpetrige Säure durch Hydrazinsulfat zerstört und nun die Salpetersäure allein durch Fällung mit Nitron ermittelt.

Die Versuche der Verfasser ergaben, dass die Nitronfällung in Bouillon zunächst erheblich zu niedrige Resultate lieferte, indem das Nitronnitrat durch Schutzkolloide in kolloidaler Form in Lösung gehalten wurde. Diesem Übelstande liess sich durch Zusatz eines Elektrolyten abhelfen, und es zeigte sich, dass ein Zusatz von 2 bis 2,5 *ccm* konzentrierter Schwefelsäure zu 200 *ccm* Flüssigkeit genügt, um die Ausfällung des Nitronnitrats nun doch zu einer quantitativen zu machen. Dieser Zusatz verhindert gleichzeitig eine etwaige Ausfällung des Nitronsalzes von Oxalsäure, die etwa als Stoffwechselprodukt in der Bouillon zugegen sein könnte. Auch Milchsäure und Bernsteinsäure wirken nicht störend auf die Bestimmung ein. Nur ist noch zu bemerken, dass in

¹⁾ Journ. f. prakt. Chemie N. F. 79, 330.

²⁾ Ber. d. deutsch. chem. Gesellsch. zu Berlin 39, 1401; vergl. auch diese Zeitschrift 45, 62.

der stark schwefelsauren Lösung zur quantitativen Ausfällung der Salpetersäure ein recht grosser Überschuss an Nitron, etwa $\frac{1}{3}$ mehr als der Theorie entspricht, genommen werden muss.

Zur Bestimmung der Phosphorsäure in Aschen empfiehlt W. Plücker¹⁾ das Verfahren von N. v. Lorenz²⁾, das er einer umfassenden Nachprüfung unterwarf. Bei dieser ergab sich die volle Genauigkeit der Methode, und es zeigte sich insbesondere, dass die Trocknung der Filter und der Niederschläge einwandfrei ist, dass eine Gewichtszunahme des Niederschlags beim Wägen nur stattfindet, wenn der Tiegel sehr lange, über 12 Minuten, auf der Wage steht, und dass Eisen- und Aluminiumverbindungen, sowie Kieselsäure, ohne nachteiligen Einfluss auf das Ergebnis sind. Das Lorenz'sche Sulfat-Molybdänreagens ist fast unbegrenzt haltbar, wenn man es vor Licht geschützt aufbewahrt.

Zur Herstellung der Asche empfiehlt der Verfasser die Verfahren von Tollens und Shuttleworth, sowie von H. Wislicenus³⁾. Die nach dem einen oder dem anderen Verfahren gewonnene Asche⁴⁾ löst man unter Zugabe von etwas verdünnter Salpetersäure, filtriert in ein Becherglas, welches bei 50 ccm eine Marke trägt, dampft auf etwa 25 ccm ein und bringt das Volumen mittels der von Lorenz vorgeschriebenen schwefelsäurehaltigen Salpetersäure auf 50 ccm. Dann verfährt man weiter, wie es von Lorenz angegeben hat. Die so gewonnenen Ergebnisse sind etwas höher als die nach dem üblichen Verfahren der Doppelfällung und Wägung als Magnesiumpyrophosphat erhaltenen. Dies macht sich namentlich bei sehr kleinen Mengen bemerkbar, wie sie zum Beispiel im Wein vorkommen; bei letzterem beträgt die absolute Differenz etwa 0,004 %.

Zur Wertbestimmung des Baryumperoxydes sind von A. Löb⁵⁾ zwei Methoden in Vorschlag gebracht worden. Nach der einen derselben soll man in schwach salzsaurer Lösung unter Zusatz von Mangano-sulfat mit Kaliumpermanganat titrieren, nach der anderen soll die Bestimmung durch Titrierung des aus salzsaurer Kaliumjodidlösung aus-

1) Zeitschrift f. Untersuchung d. Nahrungs- u. Genussmittel 17, 446.

2) Vergl. diese Zeitschrift 46, 192; 48, 330.

3) Über beide vergl. diese Zeitschrift 40, 441.

4) Zweifellos kann man auch die unter Zusatz von Salpeter und Soda gewonnene Asche verwenden. L. G.

5) Chemiker-Zeitung 30, 1275.