Methode des Erhitzens mit Kali und dann mit Salpeter, und besonders diejenige des Erhitzens mit Natriumsuperoxyd; sie gibt namentlich bei Proteinstoffen gute Resultate. Für Kohlen ist die Methode mit Magnesia und Natriumkarbonat fast befriedigend, denn sie liefert bis 95 % des richtigen Gehaltes an Schwefel, für andere Stoffe ist sie dagegen nicht zu empfehlen.

b. Bestimmung näherer Bestandteile.

Über eine neue Methode zur Bestimmung der drei Methyamine und des Ammoniaks nebeneinander macht J. Bertheaume¹⁾ Mitteilung.

Er gelangte zu dieser durch eine Nachprüfung des von Bresler²⁾ angegebenen Verfahrens zur Trennung der vier Basen in zwei Gruppen mittels siedenden Chloroforms und des Monomethylamins und Ammoniaks in Form ihrer Sulfate mittels siedenden Alkohols und gibt hierfür folgende Arbeitsweise an:

1—2 g der getrockneten Chlorhydrate löst man in etwas salzsäurehaltigem Wasser, mischt mit mindestens 20 g Quarzsand, trocknet über Schwefelsäure und zieht das Gemenge in einem Trichter über Glaswolle mit heissem Chloroform aus. Die Chloroformlösung dampft man zur Trockene, wägt den Rückstand und löst ihn in der 2000-fachen Menge Wasser. Von dieser Lösung kühlt man 200—300 ccm auf 0° ab und setzt auf 100 ccm wenigstens 30 ccm einer ebenfalls auf 0° abgekühlten Lösung hinzu, welche 12,7 g Jod und 15 g Jodkalium in 100 ccm Wasser enthält. Nach einstündigem Stehen bei 0° werden die abgeschiedenen Trimethylaminperjodidkristalle über Glaswolle abgesaugt, mit 3—4 ccm eines Gemisches aus 1 Teil der Jodjodkaliumlösung und 3 Teilen Wasser nachgewaschen und in einer Natriumsulfatlösung gelöst. Man destilliert nun in Gegenwart von überschüssiger Natronlauge und titriert das Destillat in üblicher Weise.

Aus der Mutterlauge der Perjodidkristalle erhält man durch dieselbe Behandlung das Dimethylamin.

Der in Chloroform unlösliche Anteil wird mit heissem Wasser ausgezogen und das in Lösung befindliche Ammoniak und Monomethylamin nach dem Verfahren von François³⁾ getrennt.

¹⁾ Comptes rendus 150, 1251; durch Chem. Zentralblatt 81, II, 245.

²⁾ Der deutsche Zucker 1900, Nr. 42 und 43.

³⁾ Diese Zeitschrift 48, 317.

Bei Gegenwart einer sehr grossen Menge von Ammoniak ist die angegebene Methode jedoch nicht anwendbar. In diesem Falle verfährt J. Bertheaume¹⁾ folgendermassen:

Man verbindet vier Durand'sche Waschflaschen mit einander, beschickt die erste, welche grösser ist als die andern und ungefähr 600—800 *ccm* fasst, mit einem bestimmten Teil der zu untersuchenden Flüssigkeit und fügt etwa das Sechsfache derjenigen Menge Salzsäure hinzu, welche zur Bindung der vermutlich darin enthaltenen Methylaminbasen notwendig ist. In die übrigen drei Waschflaschen gibt man Salzsäure und verdünnt mit Wasser auf 50—100 *ccm*. Man schliesst noch zwei weitere Waschflaschen von etwa 1 *l* Inhalt an, welche überschüssige Salzsäure enthalten und dazu bestimmt sind, das Ammoniak und das Trimethylamin zurückzuhalten. Durch das ganze System saugt man nun einen raschen Luftstrom, welcher die flüchtigen Basen mitreisst, und zwar so lange, bis der Inhalt der vier ersten Flaschen neutral reagiert; man vereinigt diesen, welcher nun alles Monomethyl- und Dimethylamin neben Chlorammonium enthält. Man dampft auf einige Kubikzentimeter ein, mischt mit Quarzsand und verfährt weiter nach der oben angegebenen Methode. Hierauf vereinigt man den Inhalt der fünften und sechsten Flasche, dampft auf ungefähr 500 *ccm* ein, entfernt nach dem Abkühlen auf 0° das überschüssige Chlorammonium und bestimmt das Trimethylamin als Perjodid.

Über die volumetrische Bestimmung von organischen Sulfhydraten und Thiosäuren haben Peter Klason und Tor Carlson²⁾ gearbeitet. Ihre Versuche auf diesem Gebiete ergaben folgende Tatsachen:

1. Die Reaktion zwischen Sulfhydraten und Jod nach der Gleichung

verläuft unter gewissen Bedingungen quantitativ. Man muss hierbei nur so viel Alkohol anwenden, dass das entstandene Bisulfid gelöst bleibt.

Rhodianwasserstoff verhält sich indifferent gegen Jod.

2. Die Anwesenheit von Bikarbonat ist nicht nur überflüssig, sondern kann sogar Veranlassung zu einer mehr oder weniger weiter gehenden höheren Oxydation geben.

¹⁾ Comptes rendus **151**, 146.

²⁾ Ber. d. deutsch. chem. Gesellsch. zu Berlin **39**, 738.