die Reaktionsflüssigkeit abkühlen, verdünnt mit 90—95 *ccm* Wasser und verbindet den Kjeldahlkolben mit einer Vorlage, welche überschüssige, eingestellte Schwefelsäure und 130 *ccm* Wasser enthält. Andererseits steht der Kjeldahlkolben mit einer Flasche in Verbindung, welche mit überschüssiger, mit Schwefelnatrium versetzter Natronlauge beschickt ist. Diese Lauge saugt man durch einen Luftstrom in den Kolben, ersetzt die Flasche dann durch eine Waschflasche, welche verdünnte Schwefelsäure enthält, und saugt weiter während 1—1½ Stunden einen Luftstrom durch den Kjeldahlkolben, nach welcher Zeit alles Ammoniak in die Vorlage übergegangen ist.

Dieses Verfahren haben die Verfasser angewandt zur Bestimmung des Gesamtstickstoffs in verschiedenen Substanzen wie Heu, Roggen, Mehl, Speisereste, Fäzes, Harn, Harnstoff, Azetanilid und α -Naphthylamin und mit der offiziellen Destillationsmethode verglichen. Die Resultate waren gut übereinstimmend, ausgenommen in solchen Fällen, in denen die Substanzen gleichzeitig Magnesium und Phosphor in erheblicher Menge enthielten. Aber auch dann erhält man richtige Werte, wenn man den Kjeldahlkolben während des Durchleitens von Luft etwas erwärmt.

b. Bestimmung näherer Bestandteile.

Die gleichzeitige Bestimmung von Methylalkohol und Formaldehyd in sehr kleinen Mengen in ein und derselben Lösung behandelt Maurice Nicloux¹⁾. Derselben liegt das schon früher²⁾ von ihm ausgearbeitete Verfahren zur Bestimmung der Ameisensäure, des Formaldehyds und des Methylalkohols mittels Kaliumbichromats zu Grunde, wobei jedoch diese Substanzen allein in der zu untersuchenden Lösung sein müssen. Es gelingt auf indirekte Weise, die in einer Lösung enthaltene Menge Methylalkohol und Formaldehyd zu ermitteln, wenn man einerseits die zur Oxydation des Methylalkohols und Formaldehyds notwendige Menge Kaliumbichromat bestimmt, andererseits die bei dieser Oxydation entwickelte Kohlensäure. Mit diesen beiden Daten lässt sich ein System von zwei Gleichungen mit zwei Unbekannten aufstellen, aus welchen sich die Menge an Methylalkohol und Formaldehyd berechnen lässt.

1) Bull. de la Soc. chim. de France (4. série) **13**, 935.

2) Vergl. diese Zeitschrift **43**, 521 (1904).

5 *ccm* der zu untersuchenden Lösung, welche möglichst nicht mehr als je 1 *mg* der beiden Substanzen enthalten sollen, versetzt man mit einigen Zehntelkubikzentimetern einer Lösung, die 20 *g* Kaliumbichromat im Liter enthält, fügt 5—7 *ccm* Schwefelsäure hinzu, erwärmt und fährt so lange mit dem Bichromatzusatz fort, bis die Flüssigkeit nicht mehr blaugrün, sondern gelbgrün erscheint. Man wiederholt alsdann diesen Versuch, indem man die abgelesene Menge Kaliumbichromat auf einmal zusetzt und nunmehr, wie schon früher¹⁾ angegeben, verfährt.

Die gelbgrüne Färbung zeigt bereits einen Überschuss an Kaliumbichromat an; man bringt deshalb von dem verbrauchten Volumen *n* der Bichromatlösung bei einem Verbrauch von 1—2 *ccm* 0,1 *ccm*, bei einem Verbrauch unter 1 *ccm* 0,05 *ccm* in Abzug. Die zur Oxydation verbrauchte Menge Bichromat, ausgedrückt in Milligrammen und bezeichnet mit *b*, ergibt sich alsdann zu

$$b = (n - 0,1) \cdot 20, \quad n > 1$$

$$b = (n - 0,05) \cdot 20, \quad n < 1.$$

Zur Bestimmung der sich bei der Oxydation entwickelnden Kohlensäure gibt man 10 *ccm*, bei verdünnteren Lösungen 15—25 *ccm*, in ein Reagensglas und fügt die zur Hervorbringung der gelbgrünen Färbung notwendige Menge Kaliumbichromat (2 *n*) hinzu. Andererseits bringt man in ein 75 *cm* langes und 2,5 *cm* weites Rohr, in welches man in seinem oberen Teil einen Aufsatz mit Hahn einfügen, und das mit einer geschliffenen Glasplatte verschlossen werden kann, das anderthalbfache des Volumens der Lösung an Schwefelsäure. Das Reagensglas mit der Bichromatlösung lässt man dann vorsichtig in die Röhre gleiten, so dass noch keine Säure in die Mischung gelangt. Man evakuiert mittels der Wasserstrahl- oder Quecksilberluftpumpe; ein kleiner Rest Luft, der eventuell zurückbleibt, schadet nicht. Nun mischt man den Inhalt der beiden Röhren, indem man diese mehrmals vorsichtig neigt, und vollendet die Reaktion dadurch, dass man den unteren Teil der Röhre in einem Ölbad während fünf Minuten auf 150° erhitzt. Man saugt alsdann mittels einer Quecksilberluftpumpe das Gas aus dem Apparat und ermittelt das Volumen der Kohlensäure nach dem Trocknen mit Kali.

Ist *V* das Volumen Kohlensäure für 5 *ccm* der angewandten Lösung, so ist ihr Gewicht (*a*)

$$a = 1,9774 \cdot V \cdot \frac{1}{1 + \alpha t} \cdot \frac{H - t}{760}.$$

¹⁾ Vergl. diese Zeitschrift 38, 257 (1899).

Nach den Reaktionsgleichungen:

erfordern 32 mg Methylalkohol 294 mg Kaliumbichromat und geben 44 mg Kohlensäure, während 30 mg Formaldehyd 196 mg Kaliumbichromat verbrauchen und 44 mg Kohlensäure entwickeln. Ist x die gesuchte Menge Alkohol und y die gesuchte Menge Aldehyd in Milligrammen in 5 ccm Lösung, so gelangt man zu folgenden Gleichungen:

$$\begin{aligned}\frac{44x}{32} + \frac{44y}{30} &= a \\ \frac{294x}{32} + \frac{196y}{30} &= b \\ x &= \frac{16(11b - 49a)}{539} \\ y &= \frac{15(147a - 22b)}{1078}\end{aligned}$$

Eine nach dieser Methode mit einem Alkohol-Aldehydgemisch ausgeführte Analyse zeigt gut übereinstimmende Werte.

IV. Spezielle analytische Methoden.

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

von

L. Grünhut.

Literatur. Von K. von Buchka's Handbuch über das Lebensmittelgewerbe¹⁾ liegen nunmehr die Lieferungen 3 bis 15 zur Besprechung vor. Sie enthalten die Abschnitte Kakao und Schokolade von A. Kreutz, Kaffee und Tee von A. Hasterlik, Tabak von H. Witte, Essig von H. Witte, Fleisch, Fleischwaren und Eier von

¹⁾ K. von Buchka. Das Lebensmittelgewerbe. Ein Handbuch für Nahrungsmittelchemiker, Vertreter von Gewerbe und Handel, Apotheker, Ärzte, Tierärzte, Verwaltungsbeamte und Richter. 3.—15. Lieferung, S. 97—720. Leipzig. Akademische Verlagsgesellschaft (1914). — Vergl. diese Zeitschrift 52, 498 (1913); 53, 310 (1914).