

	Öl aus		Fettsäuren aus gesunder Saat
	gesunder Saat	geringer Saat	
Reichert-Meißl'sche Zahl . . .	0,55	—	—
Polenske'sche Zahl . . . . .	0,40	—	—
Hehner'sche Zahl . . . . .	95,60	95,60	—
Säuregrad . . . . .	22,53°	160,53°	—
Säurezahl . . . . .	12,62	89,92	—
Freie Ölsäure . . . . .	6,35%	45,28%	—
Hexabromidprobe . . . . .	negativ	negativ	—
Bellier'sche Reaktion . . . . .	negativ	negativ	—
Halphen'sche Reaktion . . . . .	positiv	positiv	—
Maumené'sche Probe . . . . .	—	—	positiv

Das aus gesunder Saat gewonnene Öl war von hellgelber Farbe. Bei Zimmer-temperatur war es flüssig im Gegensatz zu dem aus beschädigten Samen gewonnenen, das bei Zimmertemperatur schmalzartige Konsistenz besaß. Letzteres war in festem Zustande von gelbbrauner Farbe; geschmolzen war es rotbraun. Die Konsistenz ist durch den Gehalt des Öles an freien Fettsäuren bedingt. Die Fettsäuren selbst sind von hellgelber Farbe.

Vergleicht man das Mexiko-Kapoköl bezüglich der Konstanten mit den früher von uns für die verschiedensten Sorten Kapoköl ermittelten Werten, so gleicht es trotz der Bombax-Ähnlichkeit der Saat sehr dem „echten“ Kapoköl (*Eriodendron anfractuosum*). Wenigstens weist es bezüglich der Jodzahl des Öles und der Fettsäuren, sowie des Schmelz- und Erstarrungspunktes der letzteren große Verschiedenheiten gegenüber dem Bombax-Kapoköl auf.

Was die Samenwolle anbelangt, so ist der Mexiko-Kapok von rein weißer Farbe und ausgezeichneter Füllkraft. An Farbenreinheit übertrifft er sogar noch den Java-Kapok.

Wenn Mexiko-Kapok bisher wenig auf den europäischen Markt kam, so dürfte der Grund darin zu suchen sein, daß er früher nach den Vereinigten Staaten verkauft wurde, daß ihm dieses Absatzgebiet jedoch infolge der gerade während der Erntezeit herrschenden politischen Wirren verschlossen wurde.

Zum Schluß möchten wir, um völlige Klarheit hinsichtlich der einzelnen Kapoksorten zu schaffen, die folgenden Unterscheidungsmerkmale geben:

1. Samen mit scharf ausgeprägtem Höcker (*Eriodendron anfractuosum*).
  - a) kleinsamige Arten: Java-, Ceylon-, Deutsch-Ostafrika- etc. Saat;
  - b) großsamige Art: Equador-Saat.
2. Samen ohne (d. h. mit nur rudimentär ausgebildetem) Höcker.
  - a) kleinsamige Art: Bombay-Saat (*Bombax malabaricum*).
  - b) großsamige Art: Mexiko-Saat (wahrscheinlich ebenfalls der Gattung *Bombax* angehörend).

## Referate.

### Allgemeine analytische Methoden und Apparate.

**S. W. Parr:** Eine neue Calorimeterbombe mit besonderen Vorzügen in bezug auf Konstruktionsmaterial und Arbeitsweise. (*Journ. of Ind. and Engin. Chem.* 1912, **4**, 746—748.) — Die durch mehrere Abbildungen

erläuterte Bombe ist an Stelle von Platin mit einer Legierung aus Nickel, Kupfer, Wolfram und Chrom (neben wenig Mangan, Aluminium, Titan, Bor und Silicium) ausgelegt, wodurch natürlich eine große Preisverminderung erzielt wird. Der Verschlussdeckel wird abgedichtet durch einen mit Metall überzogenen Kautschukring, der so eingerichtet ist, daß der Kautschuk bei der Verbrennung nicht angegriffen werden kann.

*C. Grimme.*

**Richard H. Jesse jr.:** Einige Versuche mit einer neuen Calorimeterbombe. (Journ. of Ind. and Engin. Chem. 1912, 4, 748—749.) — Der Verf. berichtet über seine Erfahrungen mit der Parr'schen Calorimeterbombe (vergl. das vorstehende Referat.) Die Bestimmungen wurden ausgeführt mit Saccharose und Benzoesäure und ergaben äußerst exakte Resultate. Die größte Abweichung vom Mittelwerte beträgt bei Saccharose 7 : 10 000, bei Benzoesäure 4 : 10 000.

*C. Grimme.*

**M. Siegfried und O. Weidenhaupt:** Zur Methode Kjeldahl's. (Zeitschr. physiol. Chem. 1911, 76, 238—240.) — Verff. sind nicht der Ansicht von C. A. Andersen (C. Neuberg, Der Harn. Berlin 1911, 530), man dürfe nach dem Zusatze von Permanganat nicht wieder kochen; sie halten es nicht nur für erlaubt, nach dem Zusatze von Permanganat zu erhitzen bzw. zu kochen, sondern bei vielen Substanzen sogar für notwendig. Unterläßt man das Erhitzen bzw. Kochen, so ist der Aufschluß bei schwer verbrennlichen Substanzen wie Tryptophan oft unvollkommen, weil man nicht das Kriterium für die genügende Menge Permanganat hat. Man hat den Kolben vom Feuer herunterzunehmen oder die Flamme auszulöschen, Permanganat hinzufügen, zu erhitzen bzw. zu kochen, und wenn die Farbe des Permanganates rasch verschwindet, wieder abseits vom Feuer Permanganat hinzuzufügen und zu erhitzen bzw. zu kochen und so fortzufahren, bis nach 3 Minuten langem Erhitzen die Farbe des Permanganats noch erkennbar ist. Man darf aber nicht das Permanganat in die siedende Flüssigkeit oder auf einmal in größeren Mengen eintragen; dann entsteht eine lebhafte Reaktion, bei der mechanische Verluste eintreten. Hierdurch erklären sich vielleicht die Befunde Kjeldahl's, daß Verluste an Ammoniak eintreten sollen, wenn man nach dem Permanganatzusatze erhitzt; sie treten nur ein, wenn man beim Permanganatzusatze stark erhitzt oder kocht. Verff. haben eine Anzahl Bestimmungen ausgeführt, bei welchen bis zu mehreren Stunden nach dem Permanganatzusatze gekocht wurde und welche sehr genaue Werte gaben.

*P. W. Neumann.*

**Fritz Lippich:** Über die Fällung von Eiweiß mit Zinksulfat. (Zeitschr. physiol. Chem. 1911, 74, 360—391.) — An Hand älterer Arbeiten und auf Grund eigener Untersuchungen zeigt Verf., daß es ohne Zuhilfenahme anderer als rein chemischer einfacher Vorstellungen und Analogien möglich ist, die für die Absorptionsnatur der Metallalbuminate hauptsächlich ins Treffen geführten Beobachtungen befriedigend mit jenen in Übereinstimmung zu bringen. Bezüglich der eigenen Untersuchungen des Verf.'s sei auf die Originalarbeit verwiesen.

*P. W. Neumann.*

**O. Ruff und E. Gersten:** Über einige Fehlerquellen bei der gasometrischen Nitrat- und Nitritbestimmung nach Schlösing bzw. Piccini. (Zeitschr. anorg. Chem. 1911, 71, 419—426.) — Die gasometrische Bestimmung der Salpetersäure nach Schlösing liefert bei Gegenwart von arseniger Säure oder Schwefelwasserstoff, bzw. von Arseniten oder Sulfiden stets zu niedrige Resultate, weil durch die arsenige Säure ein Teil der Salpetersäure zu salpetriger Säure reduziert und als solche in die Azotometerflüssigkeit übergeführt wird, während Schwefelwasserstoff teilweise eine Reduktion des Stickoxydes zu Ammoniak veranlaßt, das in der sauren Reaktionsflüssigkeit zurückbleibt. Auch bei der Nitritbestimmung

nach Piccini werden, sofern arsenige Säure oder Schwefelwasserstoff zugegen sind, zu niedrige Werte erhalten. Wird jedoch in neutraler Lösung gearbeitet, so wirkt arsenige Säure nicht störend, dagegen sind auch hier Sulfide von Nachteil, weil Schwefelwasserstoff die salpetrige Säure z. T. zu Ammoniak reduziert. *E. Dinslage.*

**A. P. Sy:** Apparate zum geruchlosen Stickstoffaufschluß nach Kjeldahl. (Journ. of Ind. and Engin. Chem. 1912, 4, 680—681.) — Der an zwei Abbildungen beschriebene Apparat besteht im wesentlichen aus einem Kugelaufsatz auf dem Aufschlußkolben, der mittels Gummischlauches mit einem Kondensator verbunden ist, durch den die sauren Dämpfe kondensiert und nach dem Verdünnen mit Wasser in den Abfluß geleitet werden. *C. Grimme.*

**E. P. Harding und Lillian L. Nye:** Eine Schnellkontrollmethode zur Bestimmung von Fett in Samen. (Journ. of Ind. and Engin. Chem. 1912, 4, 895—897.) — 1—3 g des Materials (je nach Fettgehalt) werden mit 25 ccm Tetrachlorkohlenstoff eine Stunde lang unter Rückfluß auf dem Wasserbade gekocht. 12,5 ccm Lösungsmittel werden abdestilliert, der Rückstand wird nach dem Abkühlen mit 25 ccm absolutem Alkohol gemischt und nach Zusatz von 12,5 ccm Wasser mehrmals mit 50 ccm Petroläther ausgeschüttelt. Die vereinigten Petrolätherauszüge werden im gewogenen Kolben abdestilliert und der Rückstand (= Fett) nach dem Trocknen gewogen. *C. Grimme.*

**Cornelia Kennedy:** Eine Abänderung der Sweeney'schen Methode der Rohfaserbestimmung. (Journ. of Ind. and Engin. Chem. 1912, 4, 600 bis 601.) — Durch zahlreiche Versuche wurde festgestellt, daß bei der Rohfaserbestimmung ein Teil der durch Schwefelsäure in Lösung gebrachten Stickstoffkörper, Pentosane, Gummi etc. bei der nachfolgenden Laugebehandlung wieder ausgefällt werden und so in der Bestimmung als Rohfaser zur Wägung kommt. Verf. wäscht deshalb den Rückstand der Laugenkochung mit 1,25 % iger Schwefelsäure und verarbeitet, wenn nichts mehr in Lösung geht, weiter nach der üblichen Methode. *C. Grimme.*

**J. Schröder:** Über eine Vorrichtung für umgekehrte Filtration und deren Anwendung in der Weender Rohfaserbestimmung. (Journ. f. Landw. 1911, 59, 105—106, Bemerkung zu einer Mitteilung im Journ. f. Landw. 1909, 57, 1.) — Verf. kann auf Grund langer Erfahrung nicht nur das Prinzip der Filtration von unten nach oben empfehlen, sondern vor allem auch den einfachen Apparat, den man sich aus einem gewöhnlichen Glockentrichter, einer Saugflasche mit Kautschukstöpsel und einigen Röhren auch fern von guten Werkstätten leicht selbst herstellen kann. Als Filter benutzt Verf. Seidenflor No. 16 von Ehrhardt und Metzger in Darmstadt, der in 3—4-facher Lage mit einem Seidenfaden über den Glockentrichter gebunden wird. Verf. führt die Rohfaserbestimmung in der Weise aus, daß er zuerst mit Lauge kocht, mit heißem Wasser auswäscht, dann mit Säure kocht und wieder mit heißem Wasser auswäscht. Durch Abspritzen läßt sich die dem Filter anhaftende Rohfaser leicht in die Schale zurück- und von dort schließlich auf ein gewogenes Filter bringen. In dieser Weise kann man ohne fremde Hilfe in 8 Stunden 12—16 Rohfaserbestimmungen ausführen. *Fr. Hübn.*

**E. Deussen:** Über eine Methode zur Prüfung der Reinheit optisch aktiver Verbindungen. (Journ. f. prakt. Chemie 1912, 85, 484—488.) — Außer dem  $\beta$ -Caryophyllennitrosit, worauf schon hingewiesen wurde, zeigen gewisse stickstoffhaltige Derivate des Campherchinons nach Forster und Thornley außerordentlich hohes Drehungsvermögen (der p-Oxyphenyliminocampher z. B.  $[\alpha]_D = +1650^\circ$ ). Theoretisch wird ein gesteigertes Drehungsvermögen erklärt aus der Gegenwart von mehreren asymmetrischen Kohlenstoffatomen im Moleküle, die sich in

ihrer Wirkung akkumulativ betätigen. Die Frage kompliziert sich aber dadurch, daß Weinsäure- und Apfelsäurelösungen, mit Molybdänsalzen versetzt, ein sehr hohes, Drehungsvermögen zeigen (Landolt, Opt. Drehungsvermögen, S. 221). Chrom-Kobalt- und auch Eisenverbindungen verhalten sich bei asymmetrischem Bau des Moleküls analog den organischen Verbindungen mit asymmetrischen Kohlenstoffatomen. Verf. nimmt an, daß die chromophore Gruppe im  $\beta$ -Caryophyllennitrosit eine Rolle bei dem gesteigerten Drehungsvermögen spielt. Bei weiteren Versuchen mit  $\beta$ -Caryophyllennitrosit, Caryophyllenglykol, Caryophyllennitroanilid und Cadinendichlorhydrat von verschiedenen Reinheitsgraden beobachtete er, daß beim Nitrosit das weniger reine Präparat mit zunehmendem Gehalt der Lösungen (in Benzol) fallendes Drehungsvermögen zeigte bei Natriumlicht, steigendes bei Quecksilberlicht; umgekehrt verhielt sich das reinere Präparat. Auch beim Glykol führt die Reinigung eine Verschiebung der Werte herbei in der Weise, daß die Werte sich bei der 4<sup>o</sup>/o-igen Lösung einander merklich nähern. Das Nitrolanilid lieferte ein gleichförmigeres Bild, die Reinigung des Präparats macht sich jedoch ebenfalls bemerkbar. Beim Cadinenchlorhydrat wurden durch die Reinigung nur ganz wenig geänderte Werte erhalten, woraus zu schließen ist, daß die Verbindung, die leicht zu reinigen ist, einheitlich zusammengesetzt und nach der Reinigung in chemisch völlig reiner Form vorlag, was bei dem Caryophyllenglykol und -nitroanilid nicht der Fall war. Das Verfahren kann daher Anwendung finden zur Reinheitsprüfung von optisch-aktiven Verbindungen. *G. Sonntag.*

**Ph. Malvezin:** Eine bequeme Gerbstoffbestimmung, besonders in Wein. (Bull. Assoc. Chim. de Suer. et Distill. 1911/12, 29, 539—541.) — 10 ccm Wein werden mit 10 ccm ammoniakalischer Zinkacetatlösung (10 g Zinkoxyd, in der nötigen Menge Essigsäure gelöst, dazu 80 ccm Ammoniak, mit Wasser zu 1 Liter aufgefüllt.) 5 Minuten im Sieden erhalten, dann durch ein glattes Filter von 10 cm Durchmesser gegossen, auf welchem der Niederschlag von gerbsaurem Zink zurückbleibt. Er wird mit Wasser ausgewaschen, dann auf dem Filter in verdünnter Schwefelsäure (2,5 ccm konzentrierter Schwefelsäure auf 100 ccm Wasser) quantitativ gelöst, die schwefelsaure Lösung auf 60—70° erwärmt und mit  $\frac{1}{10}$  N.-Permanganatlösung titriert bis zur deutlichen Rosafärbung, die 3 Minuten bestehen bleiben muß. Bei Rotweinen geht ein Teil des Farbstoffes, weil an den Gerbstoff gebunden, mit in die schwefelsaure Lösung, die zuerst hellrot ist, dann gelb und blaßgelb wird, ehe die Rosafärbung des Permanganats auftritt. Die Titration muß flott ausgeführt werden; man setzt das Permanganat in Mengen von 5 zu 5 Tropfen zu. Eine auch in Weißweinen dabei entstehende Trübung hindert die Erkennung des Farbenumschlags nicht. Die Anzahl der verbrauchten ccm  $\frac{1}{10}$  N.-Permanganat, multipliziert mit 0,120, ergibt die Menge Gallusgerbstoff in Gramm pro Liter Wein. *Fr. Hübn.*

**H. Agulhon:** Colorimetrischer Nachweis von Alkohol bei Gegenwart von Aceton. — Farbenreaktionen gewisser organischer Gruppen bei Gegenwart von Mineralsäuren und Kaliumbichromat. (Bull. Soc. Chim. de France 1911, [4] 9, 881—885.) — Eine Lösung von 0,5 g Kaliumbichromat in 100 ccm reiner Salpetersäure gibt mit bestimmten Gruppen leicht oxydierbarer organischer Körper in der Kälte eine blaviolette, in der Wärme eine grüne, beim Erkalten in Blau übergehende Färbung. Das Reagens muß im Überschuß angewendet werden; man gibt 2 bis 3 ccm auf einen Tropfen oder einen kleinen Krystall des zu untersuchenden Stoffes. Die Reaktion tritt in der Kälte sofort ein mit Aldehyden, primären, sekundären und tertiären Alkoholen und allen Körpern, die eine dieser Gruppen im Molekül enthalten: Zuckerarten, Mannit, Oxyfettsäuren, Glycerin, Dioxyaceton. Äther, Essigäther, Ameisensäure geben die Färbung ebenfalls, ungesättigte Fettsäuren (Ölsäure, Linolsäure) nach minutenlangem Schütteln. Die gesättigten Fettsäuren geben die Reaktion nicht, Ketone der Fettreihe sehr langsam, wodurch man sie von

den Alkoholen und Aldehyden unterscheiden kann. 1 ccm Aceton gibt mit 3 ccm des Reagens erst nach 3 Stunden eine olivengrüne, aber nicht blaue Färbung. Diacetyl gibt eine schwache Färbung erst nach einer halben Stunde. Mit Formaldehyd und Äthylalkohol erhält man die blaue Färbung in 1—2 Minuten mit 0,5 % ige n Lösungen (1 ccm der Lösung und 3 ccm Reagens ist das günstigste Verhältnis); dies ist die Grenze der Reaktion, 0,25 % ige n Lösungen geben keine Färbung mehr. Indem man die Reaktion mit verschiedenen Verdünnungen anstellt, kann man annähernd den Gehalt der Lösung feststellen; Gegenwart von Aceton schadet dabei nicht. — In der aromatischen Reihe wird die Reaktion erhalten mit den Alkoholen und Aldehyden; Benzaldehyd gibt beim Schütteln mit dem Reagens Blaufärbung unter Abscheiden von Benzoesäure. Die aromatischen Ketone, wie Acetophenon, verhalten sich wie die Ketone der Fettreihe; dagegen geben die Ketone der cyclischen Hexane sofort Blaufärbung. Phenole geben keine Blaufärbung mit dem Reagens, aber lebhafte Färbungen mit Kaliumbichromat allein: Phenol, Ortho- und Metadiphenole rotbraune, Paradiphenole grüne; Tyrosin und Chinone geben keine Färbung. — In der Wärme wird die Reaktion auch mit den Ketonen, Oxalsäure, allen Estern (Ölen und Fetten), Anthracen erhalten. Chinon gibt rote, Anthrachinon, die gesättigten Säuren und die Kohlenwasserstoffe geben keine Färbung. — Eine Lösung von 3 Teilen Phosphorsäure (60° B) und 2 Teilen Kaliumbichromat in 100 Teilen Wasser verhält sich wie die salpetersaure Lösung, nur ist die Färbung in der Kälte und in der Wärme grün und die Reaktion ist weniger empfindlich. — Ein anderes spezifisches Reagens besteht aus einer Lösung von 50 g Kaliumbisulfat in 50 ccm einer 0,5 g Kaliumbichromat enthaltenden wässrigen Lösung. Es wird in der Siedehitze angewendet und gibt eine Grünfärbung mit allen eine freie Aldehyd- oder Alkoholgruppe enthaltenden Körpern, mit Äther, Essigäther und den Cyklohexanon, aber keine Färbung mit den Acetonen der Fettreihe oder der Benzolreihe und den ungesättigten Fettsäuren. Es ist weniger empfindlich als die salpetersaure Bichromatlösung, man kann es aber bei der Unterscheidung der Öle benutzen: Olivenöl, Leinöl, Arachisöl geben keine, Ricinusöl sehr deutliche Reaktion. Das salpetersaure Reagens gibt ebenfalls mit Olivenöl innerhalb einer Stunde keine Färbung, dagegen mit Ricinusöl Blaufärbung in einigen Sekunden.

G. Sonntag.

**R. C. Collison:** Die Bestimmung anorganischer Phosphorsäure in pflanzlichen Produkten. (Journ. of Ind. and Engin. Chem. 1912, 4, 606 bis 609.) — Bei der üblichen Lösungsmethode mit verdünnter Salzsäure findet sehr oft eine Hydrolyse der organischen Phosphorverbindungen statt, meistens mitbegünstigt durch Einwirkung von Enzymen oder Bakterientätigkeit. Verf. arbeitet daher in alkoholischer Lösung, unter Benutzung einer Mischung von 98 Teilen 94—96 % ige m Alkohol mit 2 Teilen conc. Salzsäure. Die mit dieser Lösung hergestellten Auszüge lassen sich ausgezeichnet filtrieren.

C. Grimme.

**Am. Vozárik:** Verfahren zur Veraschung von Nahrungsmitteln und von anderen organischen Stoffen zwecks Bestimmung ihres Phosphorgehaltes. (Zeitschr. physiol. Chem. 1911/12, 76, 426—432.) — Da der Phosphor in Nahrungsmitteln zum Teil in Form von Phosphatiden enthalten ist, die schon bei Temperaturen unter 100° C mehr oder minder flüchtig sind, muß man zur Bestimmung des Phosphorgehaltes diese Stoffe mit basischem Zusatz versetzen, da Phosphorverluste sonst unvermeidlich werden. Den zu diesem Zwecke gebräuchlichen Aufschließungsverfahren, dem Sodasalpeterschmelzverfahren und dem Sodaveraschungsverfahren haften nicht unerhebliche Mängel an. Verf. hat in Ablehnung an das Verfahren von Eschka zur Bestimmung von Schwefel in Steinkohlen (Dingler's Polytechn. Journ. 1874, 212, 403; E. Fischer, Die chemische Technologie der Brennstoffe. Braunschweig 1897, 1, 116) nachstehendes Verfahren zur Bestimmung

des Phosphorgehaltes ausgearbeitet: 1 g bzw. 3 g der feinvermahlenden Substanz werden mit 0,2 g gesiebter Magnesia im Platintiegel mittels eines Glasstäbchens sorgfältig vermengt und bei schief gelegtem offenem Tiegel zur Verkohlungs gebracht. Die Bunsen-Flamme wird, indem man sie gegen den Tiegelrand richtet, so eingestellt, daß die Verkohlung gleichmäßig fortschreitet und der Versuch bis zur Beendigung der Verkohlung, d. h. bis sich keine leuchtend brennenden Gase entwickeln, sich selbst überlassen werden kann. Dann verschiebt man die Flamme nach dem Tiegelboden zu, sodaß die Verbrennungsluft den Tiegel von unten nach oben durchstreichen kann, und sucht den Tiegel in starke Glut zu bringen. Die Dauer der Veraschung von Stoffen animaler Herkunft schwankte zwischen einer halben und 2 Stunden, bei vegetabilischen zwischen 2 und 3 $\frac{1}{2}$  Stunden. Milch und andere wasserreiche Substanz wurden in der Weise vorbereitet, daß erstere nach vorherigem Eindampfen im Wasserbade, die andere direkt im Wassertrockenschrank bei 45° C getrocknet und dann durch Vermahlen und Sieben auf den erforderlichen Feinheitegrad der Zerkleinerung gebracht wurde. Die Asche, die nach dieser Methode erhalten wird, stellt ein loses, bei vegetabilischen Proben auch lockeres Pulver dar. Die Bestimmung des Phosphorsäuregehaltes der Asche kann titrimetrisch oder gewichtsanalytisch erfolgen.

P. W. Neumann.

**Am. Vozárik:** Über urantitrimetrische Phosphorbestimmung in Nahrungsmitteln und anderen organischen Stoffen und die Fehler des Verfahrens. (Zeitschr. physiol. Chem. 1911/12, 76, 433—452.) — Da man nach dem titrimetrischen Uranverfahren unsichere Ergebnisse erhält, hat Verf. die Methode studiert, wobei es sich zeigte, daß das Ergebnis insbesondere von dem Essigsäure-, dann dem Tonerde- und Eisenphosphat und dem Gehalt der phosphorsauren Lösung an gewissen Fremdsalzen beeinflusst wird. Auf Grund eingehender Versuche verfährt Verf. in folgender Weise: Die Asche wird in etwas 5%iger Salzsäure in einem kleinen Becherglase heiß aufgelöst, zur Oxydation des vorhandenen Eisenoxyduls werden 2—3 Tropfen konz. Salpetersäure zugefügt und die Lösung vom Rückstande, der aus Sandkörnchen und etwaigen Kohlenresten besteht, durch ein kleines Filterchen abfiltriert. Zur Überführung der salzsauren Lösung in die essigsäure werden nach Zusatz eines Tropfens 1%iger Phenolphthaleinlösung unter Umrühren 5%ige Natronlauge bis zur erkennbaren Rötung, dann als Überschuß noch 0,5 bis 1 ccm Natronlauge hinzugefügt. Nun wird die gebräuchliche saure Natriumacetatlösung bis zur bleibenden Entfärbung, dann noch als Überschuß 2—3 ccm hinzugefügt. Der Niederschlag von Aluminiumferriphosphat wird in bekannter Weise abfiltriert. Von der Asche bringt man ihr halbes Gewicht als Phosphorsäure (P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) in Rechnung. Das Filtrat wird mit Uranlösung unter Verwendung von Cochenilletinktur und Ferrocyankalium als Indicatoren heiß titriert, indem die Uranlösung tropfenweise unter stetem Umrühren der vorher zum Sieden erhitzten und mit 5 Tropfen Cochenilletinktur versetzten phosphorsauren Lösung zugesetzt wird, bis die Cochenillereaktion aufzutreten beginnt. Dann wird die Ferrocyankalium-Tupfprobe angestellt und die wenigen für die Endreaktionen fehlenden Tropfen Uranlösung zugefügt. Als Endreaktion des Cochenillelackes gilt ein an Intensität nicht mehr merklich zunehmendes Grün und als die des Ferrocyankaliums eine erkennbare bräunliche Verfärbung des Salzhäufchens und des von diesem abfließenden Tupftropfens. (Das Ferrocyanium wurde in Häufchen von der Größe eines Hirsekornes angewandt). Die Cochenillereaktion soll dauernd bestehen bleiben; geht sie im Laufe von  $\frac{1}{4}$  Stunde zurück oder schlägt sie in Violettblau um, so war die Lösung untertitriert und muß wieder aufgeköcht und nachtitriert werden. Verf. faßt seine Untersuchungsergebnisse, wie folgt, zusammen: 1. Bei der urantitrimetrischen Bestimmung der Phosphorsäure in Aufschlüssen von organischen Stoffen kommen außer freier und halbgebundener Mineralsäure auch noch der Gehalt an Essigsäure, an differenten gelösten Salzen, besonders den Alkali- und

Erdalkaliacetaten und an Aluminiumferriphosphat als Fehlerquellen in Betracht. Die zu titrierende Lösung darf kein gegen Phenolphthalein sauer reagierendes Phosphat und kein Aluminiumeisenphosphat enthalten. Die schädliche, die Zuverlässigkeit der Methode beeinträchtigende Wirkung freier Essigsäure beginnt mit dem Gehalt von etwa 0,36% bei der Cochenilletinktur und mit etwa 0,6% bei dem Ferrocyankalium als Indicator und die Wirkung von Natrium-, Ammonium- und Magnesiumacetat mit einem Gehalt von bezw. 4,2 und 0,75%. 2. Die Säuren haben auf die gebräuchlichen beiden Uranindicatoren eine gegensätzliche Wirkung, durch die die Anzeichen der Cochenilletinktur erhöht, die des Ferrocyankaliums aber erniedrigt werden. Die beiden Indicatoren, zusammen angewandt, lassen daher etwaigen auf der Wirkung der genannten Stoffe basierenden Versuchsfehler aus der Divergenz ihrer Anzeigen erkennen. 3. Enthält die phosphorsaure Lösung eine größere Menge an differentem Fremdsalze gelöst, so muß die Wirkung des letzteren ermittelt und in Rechnung gebracht werden. 4. Die Inkonzanz des Urantiterwertes ist nur scheinbar und hat ihre Ursache in dem Nichtberücksichtigen der für die Indicatorreaktion benötigten Uranmenge.

P. W. Neumann.

**Friedrich Jahn:** Quantitative Bestimmung geringer Eisenmengen. (Zeitschr. physiol. Chem. 1911, **75**, 308–338.) — Als brauchbarste Methode zur Bestimmung geringer Eisenmengen in organischen Substanzen fand Verf. die von K. Knecht und E. Hibbert angegebene Bestimmungsmethode des Ferrieisens mittels Titanochlorid (Ber. Deutsch. Chem. Gesellschaft. 1903, **36**, 1551; Treadwell S. 529). Sie beruht auf dem Prinzip, daß wenn man eine saure Ferrilösung mit Titanochlorid versetzt, in der Kälte sofort Reduktion zu Ferrosalz erfolgt:  $\text{FeCl}_3 + \text{TiCl}_3 = \text{TiCl}_4 + \text{FeCl}_2$ . Es entsprechen 1000 ccm  $\frac{1}{10}$  N.-Titanochloridlösung  $= \frac{0}{20} = 0,8$  g Sauerstoff  $= \frac{\text{Fe}}{10} = 5,585$  g Fe. Verf. hat die Methode eingehend studiert und gibt den

Gang, wie folgt, an: a) Erforderliche Lösungen: 1. Konzentrierte Schwefelsäure und Salpetersäure von genau bekanntem Eisengehalt für das Säuregemisch nach Neumann zur feuchten Veraschung (Zeitschr. physiol. Chem. **37**, 115; **43**, 32); 2. etwa 40%ige Rhodankaliumlösung; 3.  $\frac{1}{250}$  bis  $\frac{1}{150}$  N.-Titanochloridlösung; 4. Ferrisulfatlösung, enthaltend 1 mg Fe in 10 ccm; 5. luftfreies Wasser. — b) Ausführung der Methode: 1. Titerstellung der Titanlösung durch Eisenlösung nach Abkühlung unter  $10^\circ$  C, Rücktitrierung des Titanüberschusses unter Anwendung von Porzellanplatten, bei gutem Licht, Rötung muß mindestens 5 Minuten bestehen bleiben, möglichst geringer Titanochloridüberschuß, Titerstellung am besten vor Beginn und nach Beendigung der vorzunehmenden Bestimmungen. Zu beachten: feine Auslaufspitzen der Büretten, Umschütteln der Titanlösung und Ablassen der Titanbürette vor der Titerstellung, gute Kohlensäureatmosphäre. 2. Bestimmung des Eisengehaltes einer Substanz: Feuchte Veraschung nach Neumann, vollständige Verjagung von Salpetersäure, Aufkochen mit Wasser nach Verjagung des Säureüberschusses. Nach Zugabe von 5 ccm konzentrierter Schwefelsäure Überfüllen der Aschenlösung in warmem Zustande in einen Saugkolben, Nachspülen mit luftfreiem Wasser bis zur Menge von 200 ccm, Erkaltenlassen in Eiswasser bis unter  $10^\circ$  C, Titration wie bei 1 angegeben, Berechnung des endgültigen Eisenwertes unter Berücksichtigung des Eisengehaltes der angewendeten Säuren.

P. W. Neumann.

**J. Duclaux und A. Hamelin:** Beobachtungen über die Anwendung von Kollodiumfiltern. (Annal. Inst. Pasteur 1911, **25**, 145—149.) — Verff. haben Kollodiumfilter zum Studium kolloidaler Substanzen verwendet. Die Herstellung der Filter ist sehr schwierig. Verff. verwendeten Nitrocellulosefilter, die sie

mit Schwefelammonium denitrifizierten. Die Filtrationsfähigkeit wird dabei um 10—20% vermindert, jedoch können die Filter in feuchter Wärme leicht sterilisiert und außerdem können sie wiederholt ausgetrocknet werden. Allerdings werden sie in diesem Falle allmählich härter. Die Denitrification gestattet auch Filter für die Dialyse herzustellen. Die denitrifizierten Filter können zur Filtration von Lösungen in Alkohol, Äther und Aceton verwendet werden. Sie widerstehen sogar einer nicht zu konzentrierten ammoniakalischen Lösung von Kupferoxyd. Um die Filtration durch die feinporigen Filter zu beschleunigen, tauchen die Verff. das Filter in eine Lösung von Kongorot ein, das vorher dialysiert wird, um es von Salzen und von einem in geringen Mengen vorhandenen roten Farbstoff, der durch das feinste Filter hindurchgeht, zu befreien.  
*H. Will.*

**J. A. Auzies:** Neue Methode zur Bestimmung der verschiedenen Elemente einer organischen Substanz. (Bull. Soc. Chim. France 1911, [4] 9, 814—819; Chem. Zentrbl. 1911, II, 1375.)

**Th. Koydl:** Zur einheitlichen Bestimmung der Trockensubstanz in Produkten aller Art. (Zeitschr. Zuckerind. Böhmen 1911, 35, 491—497; Chem. Zentrbl. 1911, II, 305.)

**B. Shurawlew:** Apparat zum Extrahieren bei hohen Temperaturen. (Journ. Russ. Phys.-Chem. Ges. 1911, 43, 1189—1190; Chem. Zentrbl. 1912, I, 187.)

**H. Serger:** Gärungssaccharometer. (Zeitschr. öffentl. Chem. 1912, 18, 355—358.)

**W. Grünewald:** Analyse von Rohglycerin des internationalen Komitees zur Festsetzung einheitlicher Methoden zur Glycerinbestimmung. (Zeitschr. angew. Chem. 1911, 24, 865—870; Chem. News 1911, 103, 220—221.)

**A. Klemenc:** Absaugevorrichtung aus Glas (Chem.-Ztg. 1912, 36, 832.)

### Milch und Käse.

**A. Kreidl und E. Lenk:** Über Kapillar- und Adsorptionserscheinungen an der Milch. (Pflüger's Archiv 1911, 141, 541—558.) — In Löschpapier bestimmter Sorte breitet sich ein Tropfen Kuhmilch in drei Kreisflächen aus, die als Fett-, Casein- und Wasserzone bezeichnet werden. Diese Schichtenbildung tritt in Löschpapieren mit hohem Aschengehalt besonders deutlich auf. Die Caseinzone bleibt bei einer bestimmten Verdünnung der Milch aus. Mit der schwächeren Sichtbarkeit der Grenzen geht eine Änderung in der Radienbeziehung Hand in Hand. Lauge, Säure und Lab bringen die Caseinzone zum Verschwinden. Allzu große Fettmengen können das Auftreten der Caseinzone verhindern. Frauenmilch zeigt keine deutliche Caseinzone, ebenso verhält sich Hunde- und Katzenmilch, und zwar die erstere wegen der geringen Caseinmenge und wegen ihrer sonstigen Beschaffenheit, die letztere, weil das Casein vom Fett an der Ausbreitung gehindert wird. Aus dem Verhältnis der Radien der Wasser- bzw. Caseinfläche können Anhaltspunkte für eine quantitative Bestimmung des Wassers oder Caseins in der Milch, aus der Ausbreitungsgeschwindigkeit in Löschkartonstreifen solche für Bestimmung des Fettes gewonnen werden. Tropft man eine mit Lab versetzte Milch auf Löschpapier, so verkleinert sich die Caseinzone bis zum schließlichen Verschwinden. Die Labung tritt im Löschpapier früher ein, als sie im Dunkelfeld zu erkennen ist. Diese Erscheinung ist bedingt durch Konzentrationserhöhung des adsorbierten Caseins an der Berührungsfläche des Tropfens mit dem Löschpapier.  
*Max Müller.*

**André Kling:** Mindestgehalt der Milch an Gesamt-Stickstoff-Substanz. (Ann. Falsific. 1913, 6, 340—342.) — Bei 117 aus dem Versorgungsgebiet von Paris stammenden Milchproben des Jahres 1912 lagen die Werte für fettfreie Trockenmasse zwischen 87,3 und 102,4 und diejenigen für Gesamt-Stickstoff-Substanz zwischen 31,8 und 40 g im Liter. Als allgemeine Regel kann gelten, daß eine Milch mit mehr als 90 g fettfreier Trockenmasse etwa 33 g Gesamt-Stickstoff-Substanz im Liter enthält.  
*C. Mai.*