Niederschlags noch 0,5 cc weiter hinzu und verwendet von dem klaren Filtrat 200 cc zur weiteren Analyse. Zur Abscheidung der Thonerde säuert man mit Salzsäure an, fügt Chlorammonium und dann Ammoniak in sehr geringem Ueberschusse hinzu. Es ist nicht nöthig, den gelatinösen Niederschlag auszuwaschen, es genügt, denselben auf ein Filter zu bringen und die Lösung abtropfen zu lassen. Hierauf löst man den Niederschlag in warmer, verdünnter Salzsäure (1:20) und fügt zu der erhaltenen Lösung 3,5 cc einer 10 procentigen Lösung von phosphorsaurem Ammon. Man neutralisirt weiter mit Ammoniak, ohne jedoch einen bleibenden Niederschlag zu erzeugen, verdünnt auf etwa 250 cc, versetzt mit 1,5 g Ammoniumhyposulfit und erhitzt eine halbe Stunde lang zum Sieden, wobei die Flüssigkeit auf dem ursprünglichen Volumen zu erhalten ist. Nachdem man nun fünf Tropfen einer gesättigten Lösung von essigsäurem Ammon zugegeben hat, setzt man das Kochen noch weitere 10 Minuten fort, filtrirt alsdann den Niederschlag, welcher aus neutralem Aluminiumphosphat besteht, ab und wäscht ihn mit warmem Wasser aus. Man verascht, glüht 15 Minuten vor dem Gasgebläse und wägt. Aus dem erhaltenen Gewicht ergibt sich durch Multiplication mit 0,418 das Gewicht der Thonerde. Als Correctur für die geringe Löslichkeit des Niederschlags werden 0,8 mg hinzuaddirt.

III. Chemische Analyse organischer Körper.

Von

P. Dobriner.

1. Qualitative Ermittlung organischer Körper.

Ueber eine Farbenreaction des Iridols $C_6H_2CH_3(OCH_3)_2OH$ berichtet E. Nickel.¹⁾ Aehnlich dem Vanillin gibt das Iridol mit nitrihaltiger Sublimatlösung eine violette Farbenreaction. Als Reagens wurde eine Lösung von 2 Theilen Quecksilberchlorid, 1 Theil Natriumnitrit und 40 Theilen Wasser verwandt. Lösungen, die nur den fünften Theil jener Nitritmenge enthalten, wirken bei Vanillin zwar noch kräftig; Iridol ist dagegen weniger empfindlich. Zur Ausführung der Reaction wird die alkoholisch-wässrige Lösung des Iridols (respective

¹⁾ Chemiker-Zeitung 18, 531.

Vanillins) mit dem gleichen Volum von obigem Reagens versetzt und zum Kochen erhitzt. In einigen Minuten erhält man eine schöne violette Färbung mit einem Stich in's Bläuliche.

Die Erkennung der Citronensäure gründet Ludv. Stahre¹⁾ auf den bekannten Umstand, dass bei der Oxydation dieser Säure Aceton gebildet wird. Das letztere weist er durch Ueberführung in Bromaceton nach.

Zur Ausführung der Reaction löst man circa 1 *cg* Citronensäure in 1 *cc* Wasser, fügt einige Tropfen Zehntel-Normal-Permanganatlösung hinzu, erwärmt (aber nicht zum Kochen) bis die rothe Farbe verschwunden ist und versetzt dann mit 3—5 Tropfen gesättigten Bromwassers. Es entsteht eine weisse Fällung oder eine Opalescenz, entweder sofort oder nach dem Abkühlen. Bei Zusatz von Natronlauge entwickelt sich der bekannte Geruch nach Bromoform. Mit 0,2 *mg* der Säure erhält man noch eine Opalescenz.

Die Reaction lässt sich auch ausführen, indem man zuerst Bromwasser zusetzt, dann die Permanganatlösung und gelinde erwärmt. Hierbei muss man mit dem Zusatz von Permanganat vorsichtig sein, da sonst leicht Mangansuperoxydhydrat ausfällt. Eine mit Brom versetzte Lösung von Citronensäure verbraucht nämlich weniger Permanganat als reine Citronensäurelösung. Hiernach scheint, entgegen der Angabe von Cloez (Jahresberichte 1861, S. 370), Brom doch auf Citronensäure einzuwirken. Es ergibt sich dieses auch aus folgendem Versuche. Versetzt man von zwei gleichen Volummengen Bromwasser die eine mit Citronensäurelösung und dampft beide zur Verjagung des Broms ab, so erzeugt Silbernitrat in der mit Citronensäure versetzten Lösung eine bedeutend stärkere Fällung.

Das oben angeführte Auftreten des Bromoformgeruches bei Zusatz von Natronlauge ist natürlich nur von relativem Werthe. Bei Weinsäure tritt er nicht auf, dagegen bei Aepfelsäure.

Die Gegenwart der beiden letztgenannten Säuren beeinträchtigt etwas den Nachweis der Citronensäure. In diesem Falle gibt man zweckmässig zuerst das Bromwasser und dann die Permanganatlösung, letztere in etwas grösserer Menge, hinzu. Es scheint nämlich, dass beim Zusammensein aller drei Säuren Permanganat zuerst auf Aepfel- und Weinsäure einwirkt, wenn Brom abwesend ist, dagegen die Oxydation der Citronensäure zuerst stattfindet, wenn Brom zugegen ist.

¹⁾ Nordisk Famaceutisk Tidskrift 2, 141; vom Verfasser eingesandt.