Filtrate wie üblich die Phosphorsäure. Für reines Glycerin fand Boulez statt 1,0652 Phosphorsäure im Maximum 1,07 im Minimum 1,06.

Für die Analyse unreiner Glycerine modificirt man die Methode, indem man nach Zugabe des kohlensauren Kalks noch etwas Chlorcalciumlösung zufügt, sonst aber wie oben angegeben verfährt.

Eine volumetrische Bestimmung der Harnsäure gründet G. Denigés¹⁾ auf die Fällbarkeit derselben durch unterschwefligsaures Kupfer. Für die Ausführung der Bestimmung sind folgende Lösungen erforderlich. Dieselben enthalten in je 1 l:

- 1) 160 g wasserfreies kohlensaures Natron.
- 2) 100 g reines krystallisiertes Natriumthiosulfat und 100 g Seignettesalz.
- 3) 40 g reinen krystallisierten Kupfervitriol und 10 Tropfen concentrirte Schwefelsäure.

Mittelst 10 cc der Lösung 1 fällt man aus 100 cc Urin die Phosphate und alkalischen Erden. Das Filtrat versetzt man mit 40 cc der Lösung 2 und 10 cc der Lösung 3.

Nach 10 Minuten langem Stehen und nachdem man sich von der vollständigen Ausfällung überzeugt hat, filtrirt man mit der Saugpumpe den Niederschlag ab und wäscht ihn mit kaltem Wasser gut aus insbesondere, wenn zuckerhaltiger Harn vorliegt. Den ausgewaschenen Niederschlag spritzt man mit heissem Wasser in eine Porzellanschale, versetzt mit 0,5—1,5 cc Salzsäure und Bromwasser bis das harnsaure Kupfer vollkommen gelöst ist und die Flüssigkeit dauernd gelb oder gelbgrün gefärbt erscheint.

Die Flüssigkeit, deren Volumen nicht mehr als 40 cc betragen soll, erhitzt man zum Sieden, fügt 10 cc Ammoniaklösung hinzu und titirt das vorhandene Kupfer, während die Lösung stets im Sieden erhalten bleibt, unter tropfenweisem Zusatz einer $\frac{1}{10}$ Normal-Cyankaliumlösung bis zum Verschwinden der Blaufärbung.²⁾

Die Titration wird ungenau bei Gegenwart von Sarkosin, Adenin oder Hypoxanthin. Die Anwesenheit dieser Basen zeigt die Fällung an, die unterschwefligsaures Kupfer in dem mit Kalilauge neutralisirten Urin erzeugt. Man fällt die Basen aus der neutralen Lösung mittelst der

1) Bull. Soc. Pharm. Bordeaux 1896, 75; durch The Analyst **21**, 212.

2) Vergl. R. Fresenius Anleitung zur quant. Analyse VI. Aufl., Bd. I, 336.

Lösungen 2 und 3, fügt die 10 cc der Sodalösung erst dann hinzu und verfährt im Uebrigen wie oben angegeben.

Die quantitative Trennung des Trimethylamins von Ammoniak bewirkt H. Fleck¹⁾ nach dem von Duvillier und Buisine²⁾ zur Darstellung des Trimethylamins aus einem Gemisch mit Ammoniak angegebenen Verfahren, Extraction der Sulfate beider Basen mit kaltem absolutem Alkohol, in welchem Ammoniumsulfat unlöslich ist. Der Verfasser weist darauf hin, dass die Angabe von Winkles,³⁾ Ammoniumchlorid sei in Gegenwart von salzsaurem Trimethylamin in Alkohol unlöslich, nur giltig ist, wenn beide Salze in grösserer Menge vorhanden sind. Ist dagegen die Menge des salzsauren Trimethylamins eine nur geringe, so werden beträchtliche Quantitäten Ammoniumchlorid gelöst. Das Princip, die Chloride mit Alkohol auszuziehen, gestattet daher zwar unter Umständen eine Abscheidung reinen Trimethylamins aus einer Mischung mit Ammoniak, aber niemals eine quantitative Trennung beider Basen.

Fleck verfährt, wenn beide Basen als Chloride vorliegen, folgendermaassen. Die getrockneten salzsauren Salze beider Basen werden mehrmals mit dem 6—7 fachen Volumen an kochendem absolutem Alkohol extrahirt. Man destillirt den Alkohol ab, versetzt den Rückstand mit einem Ueberschuss an Aetzkali und fängt die beim Kochen übergehenden Basen in einer grösseren Menge Wasser auf. Die wässerige Lösung der Basen versetzt man mit Lackmustinctur, titirt mit verdünnter Schwefelsäure und dampft die neutralisirte Lösung zur Trockne. Den Abdampfrückstand behandelt man mit einem Liter kalten absoluten Alkohols, in welchem das Sulfat des Trimethylamins löslich ist. Man filtrirt, destillirt den Alkohol ab und bringt das getrocknete Sulfat zur Wägung. Der Verfasser hat sich davon überzeugt, dass einerseits die Extraction der Chloride eine vollständige war, andererseits ergab die Ueberführung des Sulfats in das Platindoppel-Salz des Trimethylamins ein Kriterium für seine Reinheit.

1) The Journal of the Americ. chemical Society 18, 670.

2) Liebig's Annalen 23, 299.

3) Liebig's Annalen 93, 321.