45 Minuten vollendet werden. Die beiden Fraktionen spült man in zwei Erlenmeyer-Kolben (bei der wässrigen Fraktion unter der Zugabe von Alkohol, bis alle Ester gelöst sind), neutralisiert die freien Säuren des Destillates und verseift dann mit 40 ccm $\frac{1}{5}$ N.-Kalilauge etwa $\frac{3}{4}$ Stunden am Rückflußkühler im Wasserbade. Nach dem Erkalten wird mit $\frac{1}{10}$ N.-Salzsäure zurücktitriert. Die Differenz ergibt die Anzahl ccm $\frac{1}{10}$ N.-Kalilauge, die zur Verseifung der aus 5 g Fett entstandenen Ester erforderlich sind.

Die Methode ist z. Zt. noch nicht in jeder Richtung ausgearbeitet. Es fehlen besonders genauere Angaben für die Destillation, da dieselbe, wie bei der Reichert-Meißl'schen Zahl, die Ergebnisse sehr beeinflussen kann. Weiter muß noch an einer größeren Anzahl Proben von reiner Butter ermittelt werden, in welchen Grenzen sich der Verbrauch von $\frac{1}{10}$ N.-Kalilauge zur Verseifung der Ester des wässrigen Destillates bewegt. Nach den hier angeführten Versuchen wäre die obere Grenze bei 10 ccm. Vielleicht läßt sich diese oberste Grenze noch durch einen geschickten Kunstgriff erniedrigen.

Ich habe schon einen von meinen Praktikanten mit der weiteren Ausarbeitung der angeführten Methode beauftragt, um sie mit voller Zuverlässigkeit zum Nachweise von Kokosfett in Butter, Margarine, Schweinefett und anderen Fetten oder Ölen anwenden zu können. Da es auch in theoretischer Hinsicht interessant ist, zu erfahren, welche von den Estern der Säuren, die in den Fetten, namentlich in Butter und Kokosfett enthalten sind, sich verflüchtigen, sollen dieselben auch qualitativ untersucht werden.

Referate.

Allgemeine analytische Methoden und Apparate.

H. Landolt, W. Ostwald und O. Wallach: Siebenter Bericht der Kommission für die Festsetzung der Atomgewichte. — (Ber. Deutsch. Chem. Ges. 1906, **39**, 2176—2177.) — Es wird mitgeteilt, daß Herr Professor Seubert wegen Überhäufung mit Berufsgeschäften seine Tätigkeit als Mitglied des engeren internationalen Atomgewichts-Ausschusses einzustellen wünsche. An seine Stelle tritt nunmehr als deutsches Mitglied der Kommission, entsprechend dem Ergebnis der von der großen internationalen Kommission im Jahre 1902 getroffenen Abstimmung, Herr Professor W. Ostwald. Die engere Kommission besteht demnach aus den Herren: F. W. Clarke, Vorsitzender, Th. E. Thorpe, H. Moissan und W. Ostwald.

J. Mayrhofer.

D. Holde: Erfahrungen mit einiger der neueren Apparate zur Elementaranalyse (Dennstedt- und Heräus-Ofen). (Ber. Deutsch. Chem. Ges. 1906, **39**, 1615—1622.) — Die Anwendung des elektrischen Ofens von Heräus (Zeitschr. f. Elektrochem. 1902, **8**, 201) beruht auf dem gewöhnlichen Verfahren der Verbrennung, nämlich Oxydation der Zersetzungs- und Vergärungsprodukte der Substanz mittels Kupferoxyd oder Bleichromat im offenen Rohr und im Sauerstoffstrom. Was den Betrieb des Ofens anbelangt, so bemerkt Verf., daß auch der kleinere, zur Erhitzung der Substanz und der vorgelegten Kupferspirale dienende Heizkörper mit einem besonderen Regulierwiderstand versehen werden muß, um das Durchbrennen der Platinfolie zu verhindern, da ein Regulierwiderstand wohl für den großen Heizkörper, der die lange Kupferoxydschicht zu erhitzen hat, nicht aber für den kleinen genügt. Bezüglich der Sicherheit der Verbrennung scheint die elektrische Heizung der Gasheizung nicht nach-

zustehen. Leicht flüchtige und sublimierende Substanzen, dann aber auch schwer verbrennliche wie Asphalt, Zucker und ähnliche, werden mit gutem Erfolg verbrannt. Die Temperatur des kleinen Heizkörpers kann zwischen 400 und 1500°, die des großen zwischen 800 und 1500° reguliert werden, und, da die Hitze der glühenden Platinfolie durch ein Tonrohr übertragen wird, kann man vorsichtig aber auch genügend rasch erhitzen. Andererseits werden die Glasröhren durch die allmähliche Erwärmung und Abkühlung sehr geschont. Die Zeitdauer der Verbrennung ist dieselbe wie beim Gasofen, die Beaufsichtigung der allmählichen und gleichmäßigen Erhitzung wegen eine bequemere. Ein Vorzug des elektrischen Ofens besteht außerdem darin, daß er nicht wie der Gasofen einen großen Teil der Wärme an die Zimmerluft abgibt und der Experimentierende nicht durch die Hitze des Ofens und durch die Verbrennungen belästigt wird. Der Heräus-Ofen kann daher auf jedem Tisch und in jedem Zimmer aufgestellt und benutzt werden. Auch der pädagogische Wert ist nicht zu unterschätzen der im Vertrautwerden mit der elektrischen Heizkraft, den Meß- und Reguliergeräten gegeben ist. Die Kosten der Anschaffung betragen 200—230 M. (letztere mit 2 Widerständen) also etwa 3-mal so viel als die eines Gasofens, die Kosten der Verbrennung etwa in der Stunde je nach dem Preis der Elektrizität 30—50 Pfg. Der elektrische Ofen ist daher vielfach als ein willkommener Ersatz des Gasofens anzusehen. Was den Dennstedt-Ofen anbelangt so ist dessen Ökonomie über allen Zweifel erhaben, auch die Zeitdauer der Verbrennung, Zimtsäure, Benzol und Antrachinon ausgenommen eine sehr befriedigende, da die meisten Substanzen sich in 15—20 Minuten verbrennen lassen. Doch verlangt eine solche rasche Verbrennung große Aufmerksamkeit, da die Regulierung der Sauerstoffzufuhr selbst einem geübten Analytiker Schwierigkeiten macht. Die neuerdings von Dennstedt wieder empfohlene doppelte Sauerstoffzufuhr hat Verf. noch nicht erprobt; das als Kriterium für den richtigen Gang der Verbrennung bezeichnete Aufglühen des Platinquarzes tritt vielfach bei leicht verbrennlichen Substanzen nicht, bei anderen erst dann ein, wenn die Sauerstoffzufuhr so stark wird, daß die Gasblasen nicht mehr gezählt werden können. Bei langsamer Verbrennung werden allerdings auch nach Dennstedt gute Resultate erhalten, jedoch ist dann der Zeitaufwand als ein Nachteil zu bezeichnen, dem allerdings der Vorzug gegenüber steht, daß man die Verbrennung nicht fortwährend zu beaufsichtigen hat. Die Möglichkeit dagegen, daß bei solchem Betrieb sublimierende Substanzen unzersetzt über den Platinquarz hinwegziehen, ist tatsächlich als ein Mangel des Verfahrens anzusehen, der auch wahrscheinlich die Ursache ist, daß der Methode noch vielfach mit Mißtrauen begegnet wird, das aber durch klar abgegrenzte Vorschriften beseitigt werden könnte. Praktisch sind die von Dennstedt angewendeten Vorlagen für die Aufnahme von Wasser und Kohlensäure, ebenso die Palladiumchlorür-Vorlage, deren Schwärzung allerdings öfters erst nach vollendeter Verbrennung auftritt. *J. Mayrhofer.*

M. Dennstedt: Vereinfachte Elementaranalyse. (Ber. Deutsch. Chem. Ges. 1906, **39**, 1623—1627.) — Auf die Ausführungen Holde's (vergl. vorst. Referat) bemerkt Verf., daß nach dem älteren Verfahren in allen Fällen gute Resultate erhalten werden, wenn man sich strikte an die Vorschrift halte, was allerdings mit einer gewissen Langsamkeit verknüpft sei. Bezüglich der Schnellmethode gibt Verf. zu, daß nur Geübte dieselbe ausführen können und daß ergänzende Vorschriften hierfür noch zu geben seien, was in der demnächst erscheinenden 2. Auflage der Anleitung geschehen soll. Der gewöhnliche Fehler bestehe in der zu raschen Vergasung, sodaß der zugeleitete Sauerstoff zur Verbrennung nicht ausreiche. Nicht der Sauerstoffstrom ist auf die gegebene Geschwindigkeit der Vergasung, sondern umgekehrt diese auf den gegebenen Sauerstoffstrom, etwa 60 ccm in der Minute einzustellen. Beispielsweise verbraucht ein Volumen Methylalkohol $1\frac{1}{2}$ Volumen Sauerstoff, Benzol $7\frac{1}{2}$ und Antrachinon $16\frac{1}{2}$ Volumen Sauerstoff; der Sauerstoffbedarf wächst mit dem Mole-

kulargewicht; je höher dieses ist, um so langsamer ist die Verbrennung zu leiten. Bezüglich weiterer Einzelheiten des Verfahrens müssen wir auf das Original verweisen, hervorgehoben seien jedoch noch einzelne Bemerkungen. Findet ein Überdestillieren der Substanz statt, sodaß sich unzersetzte Dämpfe in den kälteren Teilen des Rohres verdichten, bei fortschreitender Erwärmung des Rohres dann aber plötzlich vergasen, so wird auch der stärkste Sauerstoffstrom dieser Gasmenge nicht gewachsen sein. Verf. hatte früher vorgeschlagen in das Einsatzrohr einen porösen Tonestreifen einzulegen (*Z.* 1906, **12**, 227); besser ist noch ein Streifen Asbestpapier, der $\frac{1}{3}$ der Rundung bedeckt. Da Asbestpapier Stärke enthält, ist es zuvor im Sauerstoffstrome auszuglühen. Um zu vermeiden, daß unzersetzte Substanz über das Platin hinweggeht, ist dieses durch einen starken Brenner genügend zu erhitzen; die Eisenschiene muß an dieser Stelle stets hellrot glühen, das Rohr darf nicht hohl liegen. Damit Chlor und Brom und die Oxyde des Stickstoffs und Schwefels sicher absorbiert werden, muß das Bleisuperoxyd im Schiffchen auf der ganzen Seite auf etwa 320° erhitzt werden, was nicht mit einem Mikrobrenner wohl aber mit einem Flammenrohr von 20 Flämmchen erreicht werden kann. Verf. ist der Überzeugung, daß dieses neue Verfahren die alte Liebig'sche Methode nicht nur ersetzt, sondern auch in Fällen brauchbar ist, wo diese versagt. Es werden nicht nur Gas und Röhren erspart, sondern auch Substanz, da ein Verbrauch besonderer Mengen für die Bestimmung von Halogen und Schwefel vermieden wird und außerdem diese nach keiner anderen Methode schneller und genauer ausgeführt werden kann.

J. Mayrhofer

H. Hermann: Studien über die Elementaranalyse organischer Substanzen. (*Zeitschr. analyt. Chem.* 1906, **45**, 236—238.) — Verf. hält gegenüber der Kritik Dennstedt's (*Z.* 1906, **12**, 229) die in seiner unter dem oben angegebenen Titel (*Z.* 1906, **12**, 229)) veröffentlichten Arbeit gemachten Ausführungen über das Verhalten des Bleisuperoxyds, die Absorption des Stickoxydes und die Schwefelsäure-, Chlor- und Brombestimmungen aufrecht. Im übrigen sei auf das Original verwiesen.

J. Mayrhofer.

Fr. von Konek: Über elektrische Elementaranalyse. (*Ber. Deutsch. Chem. Ges.* 1906, **39**, 2263—2265.) — Veranlaßt durch die Mitteilung Holde's (*Z.* 1907, **13**, 24) bemerkt Verf., daß er bereits seit mehreren Jahren mit einem elektrischen Ofen mit 2 Heizkörpern und nur einem Widerstand arbeite (*Chem.-Ztg.* 1904, **28**, 1126.), ohne daß bis heute nur die geringste Reparatur notwendig geworden wäre. Selbst bei schwer verbrennlichen Kohlen oder Substanzen, die schwierig verbrennbare Kohle abscheiden, benutzt er die kurze Heizspirale höchstens 20 Minuten lang, schaltet diese dann aus, und führt durch langsames Zurückziehen der vorderen Spirale bis über das Schiffchen die Verbrennung zu Ende. Dadurch erspart man Strom und schont die Spirale des kürzeren Ofens. Voraussetzung ist aber, daß das die substanzführende Schiffchen nur 1—2 cm vom Asbestpfropfen entfernt ist, der die Kupferoxydschicht nach rückwärts abschließt. Das am Kopfende des Ofens angebrachte Kopfer'sche Bleisuperoxyd-Luftbad hat sich vorzüglich bewährt. Verbrennungen von Bromphosgen mit nur 6,39 % Kohlenstoff und 85,1 % Brom, von Chloroform, Schwefelkohlenstoff u. s. w. sind ausnahmslos jederzeit gelungen. Bei leichtflüchtigen Verbindungen, wird vor dem Einführen des Schiffchens nur der vordere Ofen eingeschaltet, die Kupferoxydschicht wird glühend, vom Asbestpfropfen an bleibt jedoch das Rohr kalt. Nun führt man, nachdem die Absorptionsapparate angeschlossen sind, das in einer Eiskochsalz-Mischung abgekühlte substanzführende Röhrchen mit abgebrochener Kapillare rasch ein und stellt das Schiffchen je nach der Flüchtigkeit der Substanz 10—20 cm entfernt vom Asbestpfropfen und leitet Sauerstoff ein. Erst dann wird der hintere Ofen 1—2 Minuten in den Stromkreis eingeschaltet, wodurch der Sauerstoffstrom schwach erwärmt wird, genügend jedoch um die flüchtige Substanz aus dem Röhrchen

auszutreiben. Nach Bedarf kann der kleine Ofen wieder eingeschaltet, und selbst ganz über das Schiffchen geschoben und die Verbrennung zu Ende geführt werden. Es lassen sich mit dem elektrischen Ofen nicht nur die schwerst verbrennbaren Körper sondern auch die leicht flüchtigsten leicht und sicher verbrennen. Darum, wie auch noch sonstiger Vorzüge wegen ist der elektrische Ofen dem Gasofen entschieden überlegen.

J. Mayrhofer.

C. A. Browne jr.: Die Analyse von Zuckergemischen. (Journ. Amer. Chem. Soc. 1906, 28, 439—453). — Die von Glykose aus Fehling'scher Lösung reduzierte Kupfermenge ist nicht konstant, sondern richtet sich nach der Zusammensetzung des Reagenses, Zeit und Art des Kochens, Konzentration der Zuckerlösung etc. Die reduzierende Kraft des Zuckers bleibt konstant für jede Konzentration, vorausgesetzt, daß dieselbe Kupfermenge zur Anwendung gelangt. Die verschiedenen reduzierenden Zuckerarten, die aus Fehling'scher Lösung dieselbe Menge Kupfer reduzieren, stehen in einem konstanten Verhältnisse zueinander. Diesen Umstand verwertet der Verf. zur Bestimmung der einzelnen Zuckerarten in Gemischen, indem er den Gesamtgehalt an reduzierendem Zucker als Glykose bestimmt und dann unter Verwendung des Drehungsvermögens mit Hilfe einer Formel die Zuckerarten berechnet. Ist x der Prozentgehalt an Zucker A, y der Prozentgehalt an Zucker B, a das Verhältniß des Reduktionsvermögens des Zuckers A, b dasjenige des Zuckers B zu dem der Glykose, R der Prozentgehalt an reduzierendem Gesamtzucker als Glykose, so ist:

$$\text{I. } ax + by = R.$$

Die Polarisation eines Zuckergemisches ist gleich der Summe der Polarisationen der einzelnen vorhandenen Zuckerarten. Die Polarisation nimmt der Verf. im S. & H.-Saccharimeter vor, und zwar mit 26,048 g der Probe im 200 mm-Rohr. Die Polarisation (Ventzke) eines Zuckers ist gleich seinem Prozentgehalt, multipliziert mit einem Polarisationsfaktor, den man durch Division des spezifischen Drehungsvermögens des Zuckers mit dem spezifischen Drehungsvermögen der Saccharose (+66,5) erhält. Ist α der Polarisationsfaktor für Zucker A, β derjenige für Zucker B, P die Polarisation (Ventzke) des Gemisches, so ist:

$$\text{II. } \alpha x + \beta y = P.$$

Aus den beiden Formeln I und II berechnet sich:

$$x = \frac{b \cdot P - \beta R}{\alpha b - a \beta} \quad \text{und} \quad y = \frac{R - a x}{b}.$$

Diese Formeln wandte Verf. zur Untersuchung von bekannten Gemischen von den gewöhnlichen reduzierenden Zuckerarten an: Glykose, Fruktose, Galaktose, Xylose und Arabinose. Nach der Auflösung der abgewogenen Zuckermengen in Wasser wurde die Untersuchung erst nach 24 Stunden vorgenommen, um jeden Irrtum durch Multirotation auszuschließen. Das Verhältniß des Reduktionsvermögens hat Verf. bei den einzelnen Zuckerarten bestimmt. Bei der Trennung von Fruktose und Glykose beträgt die Konstante für Fruktose 0,915; bei der Trennung von Glykose und Galaktose für Galaktose 0,898; bei der Trennung von Fruktose und Arabinose für Arabinose 1,032; bei der Trennung von Xylose und Arabinose für Xylose 0,983. Die Ausführung der Trennung der einzelnen Zuckerarten wird näher beschrieben.

C. A. Neufeld.

A. Gawalowski: Zum Nachweis von Saccharose und Milchzucker. (Zeitschr. analyt. Chemie 1906, 45, 620.) — Verf. macht zu der Mitteilung von H. Leffmann über das Verfahren zum Nachweis einiger Zuckerarten mittels Salzsäure und Sesamöl darauf aufmerksam, daß er bereits im Jahre 1899 das Verhalten von Saccharose und Milchzucker gegenüber dem Salzsäure-Sesamöl angegeben hat (vergl. Z. 1899, 2, 374).

G. Sonntag.

P. Harang: Nachweis und Bestimmung der Trehalose in Vegetabilien mittels der Trehalase. (Journ. Pharm. Chim. 1906, **23**, 16—20.) — Im Verfolg der Arbeiten von Bourquelot und Hérissé (Z. 1905, **10**, 620) hat Verf. weitere Untersuchungen über Vorkommen und Bestimmung der Trehalose angestellt. Die Trehalose besitzt ein hohes Drehungsvermögen ($\alpha_D = +197,3^\circ$) und reduziert Fehling'sche Lösung nicht; durch Säuren und durch das Ferment Trehalase wird sie in 2 Moleküle Glykose gespalten. Wenn also die Unterschiede in der Drehung nach der Spaltung durch Trehalase, aus der Menge der gebildeten Glykose berechnet, mit den polarimetrischen Ablesungen übereinstimmen, so kann man auf die Gegenwart von Trehalose schließen und selbst deren Menge bestimmen. Zur Herstellung einer wirksamen, haltbaren Trehalase werden einige Konidien von Aspergillus auf Raulin'sche Lösung ausgesät und bei 33° stehen gelassen. Nach dem Erscheinen der ersten Fruchtkörper gießt man die Lösung ab, ersetzt sie fünf- bis sechsmal alle 24 Stunden durch destilliertes Wasser bei Zimmertemperatur und preßt die Pilze zwischen Filtrierpapier ab, zerreibt sie, läßt sie 3 Stunden lang mit dem vierfachen Gewicht Alkohol stehen, saugt ab und trocknet bei 33° . Die gepulverte Masse ist sehr wirksam: 0,5 g spalten 1 g der in 100 ccm Wasser gelösten Trehalose bei 33° in weniger als 48 Stunden. Für den Nachweis der Trehalose in Pilzen mittels dieses Pulvers ist es notwendig, verschiedene Reservestoffe, wie das Glykogen vorher aus den Pilzen fortzuschaffen. Ferner müssen die Pilze möglichst schnell nach dem Einsammeln verarbeitet werden. Endlich müssen alle anderen etwa vorhandenen Enzyme durch Kochen mit Alkohol zerstört werden. Die Pilze werden zerschnitten und in 80%-igen siedenden Alkohol geworfen und darin 10 Minuten gekocht. Nach dem Erkalten werden sie ausgedrückt, nochmals mit siedendem Alkohol behandelt. Die vereinigten alkoholischen Auszüge werden filtriert, aus dem Filtrat der Alkohol unter vermindertem Druck abdestilliert und der Rückstand soweit eingedampft, daß 100 ccm 1000 g frischer Pilze entsprechen. Dann wird das Vierfache des Volumens an 80%-igem Alkohol zugesetzt, von dem entstandenen Niederschlag am nächsten Tage abgossen und der Rückstand in Wasser gelöst, wieder mit Alkohol versetzt, 20 Minuten am Rückflußkühler auf dem Wasserbade erhitzt, erkalten gelassen und dekantiert. Die vereinigte Flüssigkeit wird filtriert, im Vacuum zur Trockne gedampft und der Rückstand mit soviel Thymolwasser aufgenommen, daß 100 ccm der Lösung 200 g frischer Pilze entsprechen. Auf einen Teil dieser Flüssigkeit läßt man die Trehalase einwirken und prüft nach Beendigung der Einwirkung das Drehungs- und Reduktionsvermögen und stellt die Übereinstimmung der beobachteten Drehung mit der berechneten fest. Zum blinden Versuch dient ein anderer Teil der Flüssigkeit, ohne Zusatz von Aspergillus-Pulver bei derselben Temperatur und gleich lange im Brutschrank gehalten, sowie eine dritte Probe, bestehend aus 100 ccm Thymolwasser mit 1 g Aspergillus-Pulver. G. Sonntag.

Adolf Jolles: Über ein neues Verfahren zur quantitativen Bestimmung der Pentosen. (Zeitschr. analyt. Chem. 1906, **45**, 196—204.) — Die Bestimmung der Pentosen durch Wägung des mit Hydrazin oder Phlorogluzin erhaltenen Niederschlages ist umständlich, die vorgeschlagenen volumetrischen Methoden werden durch die Unbeständigkeit der Phenylhydrazinlösungen unsicher. Ein brauchbares Verfahren gründet Verf. auf eine Abänderung der Methode zur Aldehydbestimmung nach Ripper, nach welcher in der mit einem Überschuß von Natriumbisulfit versetzten Furfurolösung das nicht gebundene Bisulfit zurücktitriert wird. In neutralen oder sehr schwach sauren Lösungen verläuft diese Reaktion quantitativ (1 Molekül Furfurol = 1 Molekül Bisulfit), nicht aber in stärker sauren Lösungen, auch üben die durch Neutralisieren der nach Tollens erhaltenen Destillate entstandenen Salze einen nachteiligen Einfluß auf den Verlauf der Reaktion aus. Die Vorschrift von

Tollens ist daher so abzuändern, daß möglichst wenig freie Salzsäure in das Destillat übergeht, was durch Destillation des Furfurols mit Wasserdampf bewirkt werden kann. Allerdings wird hierdurch die Abspaltung des Furfurols etwas verzögert und dementsprechend die Menge des Destillats vermehrt, was wieder zur Folge hat, daß zum Schluß verdünnte Furfurolösungen übergehen, deren Prüfung nicht mehr mit Anilinacetat, sondern mit dem weitaus empfindlicheren Bial'schen Reagens ausgeführt werden muß. Für das Verfahren gibt Verf. folgende Vorschrift: 0,2 — 1 g Pentose oder die entsprechende Menge Substanz werden in einem Rundkolben (I) von etwa 1½ l Inhalt mit 200 ccm Salzsäure (1,06) versetzt, und mit strömendem Wasserdampf (aus einem Kolben II) der Destillation unterworfen, wobei als Vorlage vorteilhaft geeichte Kolben von 1 l aufwärts angewendet werden. Die Destillation ist so zu leiten, daß das Volumen der Flüssigkeit in Kolben I nicht unter 100 ccm herabsinkt, wenn aus Kolben II etwa 700—800 ccm Wasser übergetrieben werden, was durch Regulierung der Brenner leicht erreicht werden kann. Man läßt abkühlen, gibt in Kolben I 50 ccm Salzsäure (1,06), destilliert neuerdings in gleicher Weise und wiederholt dies so lange, bis 1 ccm Destillat mit 4 ccm des Bial'schen Reagenses furfurolfrei befunden wird. Die Destillation ist bei 2000—3000 ccm Destillat beendet. Ein aliquoter Teil (100 ccm) des gut durchmischten Destillats wird unter Abkühlung mit 20%-iger Natronlauge neutralisiert (Methylorange), 2 Tropfen Lauge im Überschuß hinzugefügt und mit ½ N.-Salzsäure versetzt, bis bleibende Rotfärbung eintritt. Hierauf wird mit etwa 200 ccm destilliertem Wasser verdünnt, gemessene Mengen von Bisulfit zugegeben und das überschüssige Bisulfit nach 2-stündigem Sieden mit Jodlösung zurücktitriert. Die Büretten sollen in ½₂₀ ccm geteilt sein, die Ablesung geschieht vorteilhaft mittels Lupe und Schwimmer. Mitgeteilte Beleganalysen zeigen gute Übereinstimmung. 1 ccm Bisulfit = 0,07505 g Pentose. Bei Anwendung dieses Verfahrens zur Pentosanbestimmung in Naturprodukten (Rückstände der Ölfabrikation etc.) sind etwa vorhandene Aldehyde, ätherische Öle und dergl. zu entfernen.

J. Mayrhofer.

Hugo Schiff: Zur Bestimmung von Halogenen in organischen Substanzen. (Zeitschr. analyt. Chem. 1906, 45, 571—572.) — Verf. macht auf das von ihm vor 28 Jahren angegebene ursprünglich von Piria herstammende Verfahren aufmerksam, da die von Sadtler neuerdings (Chem. Centrbl. 1905, I, 1381) vorgeschlagene Ausführungsweise zu umständlich erscheint. Die Substanz wird in einem kleinen, 19 mm weiten, 23 mm hohen Platintiegel abgewogen, mit reinem Natriumkarbonat innig gemischt, der Tiegel mit dem Karbonat ganz angefüllt und mit einem größeren Platintiegel (36 mm hoch, 30 mm weit) bedeckt. Sodann dreht man die beiden ineinanderstehenden Tiegel um, sodaß der kleine Tiegel nebst Inhalt mit seiner Öffnung nach unten auf den Boden des nun aufrecht stehenden größeren Tiegels zu stehen kommt. Der Raum zwischen den beiden Tiegeln wird gleichfalls mit Karbonat ausgefüllt, bis der kleine Tiegel damit überdeckt ist, wozu etwa 12 g Soda verbraucht werden. Man erhitzt nun bei aufgelegtem Deckel mit kleiner Flamme, sodaß der untere Teil des Karbonates eben schwach zu glühen anfängt, wenn in der Mitte die Substanz sich zu zersetzen beginnt und steigert die Hitze langsam innerhalb 20—30 Minuten bis zum schwachen Glühen und Sintern (nicht Schmelzen) der ganzen Masse. Das rasch abgekühlte Tiegelpaar wird in ein mit Uhrglas bedecktes geräumiges Becherglas gebracht, dessen Boden etwa 1½ cm hoch mit Wasser bedeckt ist; man säuert bei Chlorbestimmungen mit Salpetersäure an und bestimmt das Chlor titrimetrisch nach Volhard. Bei Jodbestimmungen hat der Zusatz der Silberlösung vor dem Ansäuern zu geschehen.

J. Mayrhofer.

C. H. Hinrichs: Wie kann man die Nitrate bestimmt durch Diphenylamin erkennen? (Bull. Soc. Chim. Paris 1905, 33, 1002—1005.) —

Die Diphenylaminreaktion wird nicht nur durch Salpetersäure, sondern auch durch andere Oxydationsmittel hervorgerufen. Versuche, ein sicheres Unterscheidungsmerkmal zu erhalten, hatten folgende Ergebnisse: Löst man das Diphenylamin in Phosphorsäure, so erhält man ein Reagens, das sich fast ebenso verhält wie die schwefelsaure Lösung, nur bleibt die blaue Färbung auch beim Verdünnen bestehen. Ersetzt man die Schwefelsäure durch Salzsäure, so tritt die Reaktion erst beim Erwärmen auf 50°, in stark verdünnten Lösungen erst beim Kochen auf. Nitrate geben jedoch die Reaktion schon bei gewöhnlicher Temperatur mit Lösungen von Diphenylamin in Salz- oder Essigsäure. Ebenso verhalten sich Wasserstoff-, Natrium-, Baryum- und Magnesium-, Bleisuperoxyd, Chromate, Bichromate, Molybdate, Vanadate und Permanganate, Chlorate und Perchlorate, Jodate, Ferricyanide u. a. Bei den Jodaten ist die Färbung grün, nachher bräunlich, bei den anderen genannten Oxydationsmitteln das bekannte Blau, nur beim Baryumsuperoxyd tritt die Reaktion zögernd auf und ist erst nach etwa einer Minute vollständig. Für die Prüfung auf Nitrate ist es demnach nötig, sich zuvor mit Hilfe der salzsauren Lösung von Diphenylamin von der Abwesenheit der anderen Oxydationsmittel zu überzeugen, bevor man die Prüfung auf Nitrate mittels der schwefelsauren Diphenylaminlösung anstellt. Die Prüfungen mit Brucin und Ferrosulfat erfordern dieselben Vorsichtsmaßregeln; benutzt man statt der Schwefelsäure Salzsäure, so tritt die Reaktion erst beim Erwärmen ein. Brucin gibt mit Nitriten keine Reaktion; fügt man jedoch etwas Vanadat hinzu, so entsteht auf Zusatz von einigen Tropfen Salzsäure eine schöne rote Farbe. Die Ferricyanide usw. geben eine ähnliche Reaktion.

G. Sonntag.

G. Schweitzer: Zur Filterkerzenfrage. (Collegium 1905, 301—302.) — Verf. zieht die Filterkerze entgegen Wislicenus und Muth (Collegium 1905, 261) dem Filtrierpapier in jedem Falle vor. Die Parker'sche Kerze läßt sich leicht reinigen, wenn man sie nach dem Gebrauch mit einer nicht zu harten Bürste gründlich abbürstet, 500 ccm kochendes Wasser durchsaugt, sie an der Luftpumpe möglichst vom zurückgehaltenen Wasser befreit und dann im Trockenschrank bei 105° trocknet. In dieser Weise gereinigte Kerzen hat Verf. schon über 6 Monate in Gebrauch. Allerdings werden ungetrocknete Kerzen mit der Zeit weich und liefern trübe Filtrate. Zweckmäßig wird man immer die ersten 150 ccm des Filtrats verwerfen. Absorptionsfehler hat Verf. bei dem Gebrauch von Filterkerzen nicht beobachtet. Um ganz blanke Filtrate zu erhalten, muß z. B. bei Myrobalanenextraktlösungen der Hahn des Scheidetrichters, in dem man das Filtrat sammelt, absolut dicht schließen, da das klare Filtrat schon durch einen ganz geringen Luftstrom getrübt werden kann.

W. Roth.

Milch und Käse.

Ch. Porcher: Der Ursprung des Milchzuckers. (Compt. rend. 1905, 141, 73—75.) — Der Verf. entfernte bei vier Ziegen und einer Kuh, die sich im Lactationsstadium befanden, die Brustdrüsen. Schon in den ersten Stunden nach der Operation zeigte der bis dahin zuckerfreie Harn deutliche Zuckerreaktion, deren Stärke nach und nach anstieg und 4—5 Stunden nach der Operation am stärksten war. Zumeist schon nach 12—15 Stunden, oft aber auch erst nach 48 Stunden ist der Urin wieder völlig zuckerfrei. Verf. schließt aus diesen Versuchen, daß das Blut seinen natürlichen Bestandteil an Zucker (Glykose) den Brustdrüsen zuführt, die die Glukose in Laktose umwandeln. Wenn jedoch die Brustdrüsen entfernt sind, ist diese Umwandlung nicht möglich; es erscheint der Zucker dann als Glykose im Harn. Der Milchzucker wird somit nur aus der Glykose des Blutes mittels der Brustdrüsen gebildet.

Maz Müller.