Während bei einer Verbrennung von salpetersäurehaltigen Materialien unter Anwendung von neutralem oxalsaurem Kalk und Natronkalk nur circa $\frac{2}{3}$ der Salpetersäure in Ammoniak umgewandelt werden, findet nach Angabe des Verfassers eine vollständige Reduction zu Ammoniak statt, wenn man dem obigen Gemenge noch Schwefel hinzufügt. Unter diesen Umständen gelingt es überhaupt allen Stickstoff stickstoffhaltiger Verbindungen in Ammoniak überzuführen.

Das zur Verbrennung nöthige Gemisch wird erhalten durch Mengen von 1 Theil Schwefel, 2 Theilen neutralem oxalsaurem Kalk und 6 Theilen Natronkalk. Dasselbe wird vor Feuchtigkeit geschützt aufbewahrt.

Zur Analyse mischt man circa 0,5 g Kali- oder Natronsalpeter oder eine Menge stickstoffhaltiger Substanz, die dem Stickstoffgehalt von 0,5 g Natronsalpeter entspricht, mit 50 g des obigen Gemenges. Die an einem Ende zugeschmolzene Verbrennungsröhre von 0,55 m Länge und 17 mm Durchmesser wird der Reihe nach gefüllt mit: 2 g oxalsaurem Kalk zur Erzeugung des Gases für die Ueberführung des letzten Antheiles des Ammoniaks in die Vorlage, 10 g gepulvertem Natronkalk, 10 g des Reductionsgemisches. Dann folgt das Gemenge der zu untersuchenden Substanz mit der Reductionsmischung, darauf 10 g gepulverter Natronkalk und schliesslich ein Asbestbausch. Man fängt das Ammoniak in vorgelegter Normalschwefelsäure auf. Im Uebrigen sind die Verhältnisse genau wie bei der Methode von Will-Varrentrapp. Die Verbrennung vollzieht sich in circa 40 Minuten. Vor der Titration hat man den Inhalt der Vorlage durch Kochen von etwa absorbirter Kohlensäure und schwefliger Säure zu befreien.

Die von dem Verfasser angeführten Beleganalysen sind recht befriedigend.

C. Arnold und K. Wedemeyer¹⁾ dagegen haben die Angaben von Boyer nach keiner Richtung hin bestätigt gefunden. Sie erhielten stets zu niedrige Resultate.

b. Bestimmung näherer Bestandtheile.

Zur Bestimmung von Vanillin empfiehlt Frank X. Moerk²⁾ ein colorimetrisches Verfahren. Der Verfasser hatte schon früher ange-

¹⁾ Diese Zeitschrift **31**, 388.

²⁾ American Journ. Pharm. **63**, 572; durch Zeitschrift d. allgemeinen österr. Apotheker-Vereins **30**, 111.

geben, dass künstliches Vanillin nach Behandeln mit Bromwasser und Zusatz von Eisenvitriol eine blaugrüne Färbung gibt. Seine weiteren Versuche ergaben, dass auch natürliches Vanille-Extract sogar in sehr starker Verdünnung mit obigen Reagentien eine Färbung gibt, deren Intensität und Reinheit aber durch andere darin vorhandene Substanzen stark beeinträchtigt werden. Entfernt man dieselben jedoch durch Behandeln des Extractes mit frisch gefälltem Bleihydroxyd, so lässt sich im Filtrate die deutliche Vanillin-Reaction erhalten.

Zu einem aliquoten Theile des so gereinigten Extractes fügt man nach dem Verdünnen mit Wasser so lange tropfenweise Bromwasser, bis der Bromgeruch nach dem Schütteln nicht mehr verschwindet; es entsteht alsdann bei vorsichtiger Zugabe von 1 procentiger Eisenvitriollösung eine bläulich grüne Färbung, die allmählich an Intensität zunimmt, bis schliesslich ein Maximum erreicht ist, über welches hinaus die Färbung nicht mehr zunimmt.

Durch vergleichende Operation mit Flüssigkeiten von bekanntem Vanillingehalt lässt sich der Gehalt des Extractes an Vanillin annähernd bestimmen.

Zur Bestimmung und Trennung der Xylole benutzt J. M. Crafts ¹⁾ ein Verfahren, welches im Wesentlichen auf der verschiedenen Zersetzbarkeit ihrer Sulfosäuren bei bestimmten Temperaturen beruht. Der Verfasser wandte seine Methode an zum Nachweis der Bestandtheile von rohem Xylol, wie solches die bei 136 — 140 ° siedende Fraction des Steinkohlentheeröls liefert. Das rohe Xylol besteht aus:

In Schwefelsäure unlöslichen Kohlenwasserstoffen,
Ortho-Xylol,
Meta-Xylol,
Para-Xylol und
Aethylbenzol.

Zur Analyse versetzt man 10 — 20 g des rohen Xylols mit der $2\frac{1}{2}$ fachen Menge concentrirter Schwefelsäure ²⁾ in einer mit Millimeter-eintheilung versehenen Röhre aus böhmischem Glase, in welcher man

¹⁾ Comptes rendus **114**, 1110.

²⁾ Die Angabe der chemischen Lehrbücher, dass Para-Xylol in concentrirter Schwefelsäure unlöslich sei, ist unrichtig. Dieses, sowie das Aethylbenzol lösen sich nur schwerer als die beiden anderen Xylole, weshalb man zweckmässig die Operation mit den abgeschiedenen Paraffinen noch einmal wiederholt.