D. A. Sutherland*) macht Angaben über den Aschengehalt, die Acidität und das Verhalten beim Erhitzen, welche verschiedene Muster von käuflichem Saccharin zeigten. Ich kann hier auf dieselben nur hinweisen.

Ueber die Löslichkeit des Saccharins machen Fahlberg und List**) folgende Angaben.

Es lösen sich in 1000 Theilen Wasser 3,33 Theile Saccharin, in 1000 Theilen Alkohol von

10	20	30	40	50	60	70	80	90	100	Procent
5,41	7,39	11,47	19,88	27,63	28,90	30,70	32,15	31,20	30,27	Theile Saccharin.

Zum Nachweis, respective zur Bestimmung von Essigsäure neben Ameisensäure empfiehlt D. S. Macnair***) zunächst durch Destillation mit verdünnter Schwefelsäure eine Lösung herzustellen, welche die beiden Säuren in freiem Zustand enthält, und dann dieselbe 10 Minuten lang am Rückflusskühler mit dem gleichen Volum einer Lösung von chromsaurem Kali in verdünnter Schwefelsäure†) zu kochen. Hierdurch wird die Ameisensäure völlig zu Kohlenoxyd und Wasser oxydirt, während die Essigsäure unverändert bleibt.

Nun destillirt man die Flüssigkeit, wobei man wiederum die Essigsäure im Destillat erhält und sie nun nach der Neutralisation mit Eisenchlorid nachweisen, respective durch Titration bestimmen kann.

2. Quantitative Bestimmung organischer Körper.

a. Elementaranalyse.

Zur Bestimmung des Stickstoffgehaltes in organischen Substanzen. B. B. Ross und L. W. Wilkinson††) veröffentlichen eine Anzahl vergleichender Analysen von zu Düngezwecken verwendbaren Substanzen nach den Methoden von Ruffle, Varrentrapp-Will und Kjeldahl, aus denen sich ergibt, dass die mit dem Ruffle'schen Verfahren erhaltenen Werthe sehr befriedigend sind.

Die Verfasser empfehlen die allgemeine Annahme dieser Methode für Düngeranalysen und erklären die Methode von Kjeldahl für

*) Journ. of the society of chemical industry **6**, 808.

) Chem. Centralblatt [3. F.] **18, 996.

***) Chemical News **55**, 229.

†) 12 g Kaliumbichromat werden in einer Mischung von 30 cc concentrirter Schwefelsäure und 100 cc Wasser gelöst.

††) Chemical News **55**, 151.

weniger empfehlenswerth wegen der längeren Zeitdauer, welche dieselbe erfordert, und weil sie auf salpetersaure Salze nicht anwendbar sei.

H. P. Armsby und F. G. Short*) bedienen sich zur Destillation bei der Kjeldahl'schen Methode des folgenden Apparates, welcher den Vortheil hat, dass er sehr wenig Beaufsichtigung bedarf und sich deshalb namentlich da empfiehlt, wo eine grosse Anzahl von Analysen gleichzeitig auszuführen sind.

Der Destillationskolben von beliebiger Form und etwa 1 l Inhalt wird mit einem dreifach durchbohrten Kautschukstopfen verschlossen, dessen eine Bohrung ein bis auf den Boden reichendes aussen abwärts gebogenes Rohr trägt. Dasselbe dient zum Ablassen der Flüssigkeit nach beendigter Destillation und ist während des eigentlichen Ganges der Destillation durch einen Kautschukschlauch mit Quetschhahn verschlossen. Eine zweite Bohrung des Kautschukstopfens trägt ein kleines Quecksilberventilchen, durch welches ein Zurücksteigen der Säure in das Destillationsgefäss unmöglich gemacht wird, indem es bei Druckverminderung im Innern des Destillationskolbens Luft einströmen lässt. Durch die dritte Bohrung führt das Ausgangsrohr für die Dämpfe. Es hat an der Stelle, wo es den Stopfen durchsetzt, 12 mm inneren Durchmesser und erweitert sich oberhalb bis zu 25 mm. Nahe seinem oberen Ende ist ein seitliches, schwach aufwärts gerichtetes Ansatzrohr eingeschmolzen, welches zu dem Kühler führt. Oben ist das Rohr durch einen einfach durchbohrten Kautschukstopfen verschlossen, der ein mit Hahn versehenes, bis auf den Boden des Destillationskolbens reichendes Trichterrohr trägt. Der ringförmige Raum zwischen dem Trichterrohr und dem weiteren Theile des Ableitungsrohres ist mit Glasperlen erfüllt, um ein mechanisches Mitüberreissen von Alkali zu verhindern. Durch das Trichterrohr lässt man die zu destillirende Flüssigkeit in den Apparat einfliessen. Nach Beendigung der Destillation zieht man sie wieder durch das zuerst erwähnte Rohr ab, das man zu diesen Zweck mit einem Gefäss verbinden kann, an dem eine Wasserluftpumpe saugt. Lässt man nun durch das Trichterrohr Wasser einfliessen und zieht auch dieses wieder ab, so ist der Apparat für einen neuen Versuch bereit.

Die Verfasser haben 6 solche Destillationskolben neben einander auf einem von 2 Eisenstäben getragenen, langen Stück Drahtnetz auf-

*) American chemical journal 8, No. 5; von den Verfassern eingesandt.

gestellt und jeden derselben mit einem Kühler mit Blechmantel versehen. Das Kühlwasser läuft nacheinander durch alle Kühler. *)

Paul Claes**) hat in einer besonderen Brochüre die Vorzüge der Kjeldahl'schen Methode gegenüber der Varrentrapp-Will'schen hervorgehoben und die Art und Weise, wie er die Kjeldahl'sche Methode ausführt, specieller beschrieben. Während die allgemeine Besprechung nur eine Zusammenstellung von schon Bekanntem ist, sind die von dem Verfasser construirten Apparate zur gleichzeitigen Ausführung mehrerer Bestimmungen in mancher Hinsicht neu und praktisch.

In Betreff der Aufschlusskölbchen weist der Verfasser darauf hin, dass die Form und die Art des Glases, aus dem sie hergestellt sind, von grosser Wichtigkeit ist. Nach seinen Erfahrungen sind am besten Rundkölbchen, deren Hals nicht mit einer scharf winkeligen Biegung, sondern mit allmählichem Uebergang angesetzt ist. Sie sollen 250 cc Inhalt, einen 150 mm langen und 25 mm weiten Hals haben. Sie müssen aus Kaliglas sein, gut gekühlt und von gleichmässiger, nicht zu grosser Wandstärke.

Das Eindampfen von Flüssigkeiten, die der Analyse unterworfen werden sollen, wird in den Kölbchen im Luftstrom ausgeführt und letzterer in der Weise erzeugt, dass die Erhitzung des Kölbchens auf dem Wasserbade in einem nach aussen gut abgeschlossenen, gut ziehenden Abzug vorgenommen wird, in welchen ein 8—10 cm weites Rohr mit seitlichen Ansatzstutzen eingeführt ist. Die eine Stirnseite dieses Rohres ist verschlossen, während das offene Ende ins Freie, oder in einen von Säure- und Ammoniakdämpfen freien Raum führt. In die Ansatzstutzen sind rechtwinklig nach unten gebogene Glasröhren eingesetzt, welche in den Hals der Kölbchen bis dicht über den Flüssigkeitsspiegel eingesenkt werden. Hierdurch dringt vermöge des Zuges die Luft nach und bewirkt eine Verdrängung der Wasserdämpfe. Will man diese Wirkung noch erhöhen, so kann man das die Luft zuleitende Rohr etwas erwärmen, wozu irgend welche abgehende Feuerluft oder dergl. benutzt werden kann. Liegt die Möglichkeit vor, dass die hierdurch eingeführte Luft

*) Als Kühlvorrichtung dürfte ein gemeinsames Wassergefäss, durch welches alle einzelnen Kühlröhren hindurchführen wohl vorzuziehen sein. Vergl. diese Zeitschrift 23, 556 und diesen Artikel weiter unten.

**) Methode sulfurique de Kjeldahl pour le dosage de l'azote par Paul Claes, directeur du laboratoire agricole de l'état à Louvain, Brüssel bei P. Weissenbruch 1887; vom Verfasser eingesandt.

Ammoniak oder Staub in das Aufschlusskölbchen führen kann, so lässt sich diese Gefahr dadurch beseitigen, dass man die Luft erst eine Waschflasche mit verdünnter Säure und eine Watteschicht passieren lässt.*) Befürchtet man einen Ammoniakverlust durch das Eindampfen, so versetzt man die Flüssigkeit mit etwas verdünnter Schwefelsäure bis zur deutlich sauren Reaction.

Zum Erhitzen der Kölbchen während des Aufschliessens der Substanz mit concentrirter Schwefelsäure benutzt Claes die in Fig. 31 dargestellte Vorrichtung. In einer entweder halb- oder viertelkreisförmigen Eisenblechscheibe (je nachdem man sie an einer flachen Wand, oder in einer Ecke anbringen will) von 460 mm Halbmesser sind 17 (respective 8) kreisrunde Oeffnungen von 45 mm Durchmesser auf zwei concentrischen Kreisen angeordnet. Mit einem Halbmesser von 230 mm ist auf der Eisenblechplatte ein niedriger Eisenblechhalb- respective -viertelcylinder SS angebracht, der in seinem oberen Rande Ausschnitte enthält (Fig. 32), in welche die Hälse der Erhitzungskölbchen eingelegt werden, so dass sie eine schräge Lage erhalten. Das ausserhalb des Cylinders SS liegende Stück der Eisenblechscheibe ist mit einer Scheibe aus Asbestpappe belegt, in welcher sich, entsprechend den Oeffnungen in der Eisenplatte, ebenfalls Oeffnungen befinden. (Vergl. Fig. 33 auf p. 402 A-A.)

Fig. 31.

Fig. 32.

Zur Erhitzung dienen die auf zwei kreisförmigen Röhren RR aufsitzen den kleinen Bunsen'schen Lampen, die mit der oberen Mündung des Brennrohres eben über die Scheibe tt herausragen. Letztere dient

*) Das beschriebene Verfahren lässt sich auch bei allen anderen Abdampfungen, (auch in Schalen) anwenden. Da die grossen allgemeinen Abzüge häufig nicht dicht genug schliessen, respective nicht gut genug ziehen, so kann man in vielen Fällen vorthellhaft einen besonderen kleinen Abdampfungsabzug einrichten, dessen ganzer Boden ein Wasserbad mit constantem Niveau bildet. Auf die übrige sinnreiche Einrichtung, die der Verfasser angegeben hat, kann ich hier nicht näher eingehen.

dazu eine zu starke Erhitzung der Hähne r zu verhindern. Wie man sieht, werden die Kölbchen ohne Drahtnetz direct mit der Flamme erhitzt (wodurch erstens Gas und zweitens die sonst immer durchbrennenden Drahtnetze erspart werden) und doch springen sie nach des Verfassers Angaben sehr selten, weil nur der von der Säure wirklich bedeckte Theil der Wandung von der Flamme getroffen wird, während namentlich durch die Wirkung der Asbestplatte die übrigen Theile der Wandung vor Ueberhitzung geschützt bleiben. Grade diese letztere ist aber bekanntlich dadurch, dass condensirte Flüssigkeit mit den überhitzten Theilen

Fig. 33.

zusammen kommt, die häufigste Ursache des Zerspringens der Kölbchen. Fürchtet man eine zu starke Einwirkung der Flamme auf die ganz direct getroffenen Theile der Kölbchen, so kann man einige lange Asbestfasern über die Oeffnungen in der Platte legen, wodurch die Flamme genügend vertheilt wird.

Der Apparat wird durch Stützen C' getragen. Der Raum C ist mit Sand bedeckt, der eventuell aus den Kölbchen verschüttete Substanz in sich aufnehmen soll, so dass sie damit leichter von Zeit zu Zeit entfernt werden kann. Will man die zwischen A A und tt vorhandene, ziemlich bedeutende Wärme noch ausnutzen, so kann man, ohne die Wirkung der Flammen irgend zu schwächen, eine Anzahl von Röhren

t't't' in diesen Raum legen, durch welche Wasser fließt, was auf diese Weise vorgewärmt wird und z. B. zum Speisen der Wasserbäder oder dergleichen benutzt werden kann.

Die ganze Erhitzungsvorrichtung ist mit einem Blechdach, das in eine durch die Mauer hindurchführende Oeffnung übergeht, versehen. Unter demselben wird durch eine kleine Gasflamme B ein genügender Luftzug bewirkt um eventuell auftretende Schwefelsäuredämpfe wegzuführen, und zwar wirkt diese Vorrichtung besser, als wenn man den

ganzen Apparat in einen grossen Abzug hineinstellt. *) Der Luftzug bewirkt zugleich eine genügende Abkühlung des oberen Theiles und des Halses der Kölbchen, so dass auch ohne besondere Kühlvorrichtungen, wie sie von Kreusler und anderen vorgeschlagen worden sind, ein irgend erhebliches Verdampfen der Schwefelsäure nicht eintritt.

Zum Destilliren benutzt Claes den von Landmann**) angegebenen Kühlapparat, der sich überhaupt sehr gut als allgemeiner Kühler für alle im Laboratorium auszuführenden Destillationen einrichten lässt.

Es empfiehlt sich dann die einzelnen Kühlröhren immer für dieselben Substanzen zu benutzen, wobei die Röhren für leicht flüchtige Substanzen am besten nicht vertical, sondern diagonal durch das Kühlschiff hindurchgeleitet werden, so dass sie eine viel grössere Kühlfläche darbieten. Um ein Mitüberreissen von Alkali zu verhindern setzt der Verfasser den in Fig. 34 abgebildeten kleinen Aufsatz auf die Destillirkolben. Das Rohr A biegt sich bei E abwärts, so dass sich alle mitgerissene Flüssigkeit in C sammelt, durch das kleine Loch O fliesst sie dann nach A zurück, während die Dämpfe durch B nach den Kühlern gelangen.

Fig. 34.

b. Bestimmung näherer Bestandtheile.

Ueber die Bestimmung der Oxalsäure, speciell in Pflanzentheilen, haben Berthelot und André***) Mittheilungen gemacht. Sie weisen zunächst darauf hin, dass die Niederschläge, welche man in den mit Essigsäure angesäuerten Auszügen aus den Pflanzentheilen durch Kalksalze erhält, keineswegs nur aus oxalsaurem Kalk bestehen müssen, sondern ausser diesem auch noch weinsauren, traubensauren, citronensauren und schwefelsauren Kalk, sowie coagulirte stickstoffhaltige Substanzen enthalten können, ja sogar fast immer enthalten. Unter Umständen sind solche Niederschläge sogar gänzlich frei von oxalsaurem Kalk. Dieselben können deshalb niemals ohne weiteres zur quantitativen Bestimmung der Oxalsäure benutzt werden und sind auch nicht einmal ein sicherer Beweis für die Anwesenheit der Oxalsäure. Auch die mikroskopische Prüfung solcher Niederschläge, bei der sich die charakteristische Form der Krystalle des oxalsauren Kalkes leicht erkennen lässt, erscheint den Verfassern noch nicht genügend sicher um jeden Zweifel auszuschliessen.

*) Vergl. hierzu diese Zeitschrift **26**, 70.

) Vergl. diese Zeitschrift **22, 394.

***) Comptes rendus **101**, 354.