Diese chronometrische Methode gestattet mit Hilfe der aufgestellten Tafeln eine annähernde Bestimmung des Azetons im Harn, respektive solcher Verbindungen, welche sich bei 100° in Kohlensäure und Azeton spalten (Azetessigsäure).

Destilliert man von einem Volumen V_{ccm} einer wässrigen Azetonlösung, welche mit $\frac{1}{200}$ ihres Volumens reiner Schwefelsäure oder der doppelten Menge offizineller Phosphorsäure angesäuert ist, $\frac{V}{4}$ ccm über, so enthält dieses Destillat nach früheren Untersuchungen Denigès¹⁾ $\frac{9}{10}$ des gesamten im Volumen V enthaltenen Azetons. Unter Berücksichtigung dieser Tatsache destilliert man von 100 ccm Harn, die man, wie oben angegeben, angesäuert hat, 25 ccm ab, verdünnt diese auf 30 ccm, welche nunmehr $\frac{9}{10}$ des in 100 ccm Harn befindlichen Azetons enthalten. Durch eine einfache Rechnung ergibt sich, dass auf diese Weise das Azeton im Destillate auf das Dreifache angereichert ist gegenüber dem ursprünglichen Harn. Von dem auf 30 ccm verdünnten Destillat bringt man 1,65 ccm durch Zusatz von 3,35 ccm Wasser auf 5 ccm, stellt die Temperatur fest, fügt 0,5 ccm Natronlauge und 2 ccm $\frac{n}{10}$ -Jodlösung hinzu und verfährt wie oben angegeben. Aus der aufgestellten Tabelle ergibt sich alsdann der Gehalt an Azeton. Tritt die Trübung augenblicklich ein, so wiederholt man entweder den Versuch, jedoch in schwach alkalischer Lösung, oder man wendet die zu untersuchende Lösung erst nach entsprechender Verdünnung an.

Die chronometrische Methode liefert vollkommen genügende Resultate, kann jedoch ausserdem auch zur Vorprüfung für die exaktere volumetrische Bestimmung des Azetons dienen. Wegen seines Gehaltes an anderen, auf Jod einwirkenden Substanzen lässt sich der Harn selbst für die Bestimmung nicht verwenden, sondern er muss, wie erwähnt, zunächst der Destillation unterworfen werden.

IV. Spezielle analytische Methoden.

1. Auf Lebensmittel, Gesundheitspflege, Handel, Industrie und Landwirtschaft bezügliche.

Von

L. Grünhut.

Beschleunigtes Verfahren der Fettbestimmung in Molkereierzeugnissen. E. Rupp und A. Müller²⁾ haben gefunden, dass bei

¹⁾ Vergl. diese Zeitschrift 48, 313 (1909).

²⁾ Zeitschrift f. Untersuchung d. Nahrungs- u. Genussmittel 23, 338 (1912).

der MilCHFettbestimmung nach Gottlieb und Röse¹⁾ die Trennungsdauer der Schichten sich ausserordentlich verkürzen lässt und jegliche Volumenmessung, und damit auch jede besondere Apparatur, entbehrlich wird, wenn man die Reaktionsgemische mit Tragantpulver schüttelt. Dieses wird nur von der wässerigen Unterschicht angenommen und vergallertet damit zu einer zähen, alle Trübungsstoffe an sich reissenden Masse, so dass die Ätherfettlösung in kürzester Zeit sich klärt und bequem abgegossen werden kann. Um Tragant zu sparen, entfernt man vor dessen Zusatz den grössten Teil der Unterschicht.

Für die Untersuchung der Milch geben die Verfasser folgende Arbeitsvorschrift. 10 *ccm* Milch pipettiert man in ein Arzneiglas von 75 bis 100 *ccm* Inhalt und misst, nach jedem Zusatz tüchtig umschüttelnd, mittels Messglases 2 *ccm* Ammoniakflüssigkeit, 10 *ccm* Alkohol, 20 *ccm* Äther und 20 *ccm* Petroleumäther hinzu. Zuletzt wird eine Minute lang geschüttelt und dann 15 Minuten stehen gelassen. Nun stellt man die Flasche behutsam auf den Kopf, lüftet vorsichtig den Stopfen und lässt die Wasserschicht bis auf etwa 1,5 *ccm* abtropfen. Sodann fügt man zum Flascheninhalte 0,4 *g* Tragant, schüttelt etwa 20 mal heftig durch und giesst nach weiteren 2 Minuten die Ätherfettlösung in einen Wägekolben ab. Das Flascheninnere und der daran haftende Tragantschleim werden zweimal mit je 5 *ccm* Petroläther nachgespült. Die vereinigten, das Gesamtfett von 10 *ccm* Milch enthaltenden Auszüge werden wie üblich weiter behandelt.

Man muss zuverlässige Tragantarten von guter Quellkraft verwenden. Der Zusammenhalt der Gallerte kann leicht noch durch nachträglichen Zusatz von etwas Tragant oder von einigen Tropfen Wasser beeinflusst werden, falls sie zu flüssig oder zu krümlig erscheinen sollte.

Diese Arbeitsweise ist von K. Kropat²⁾ auf andere Molkerei-erzeugnisse ausgedehnt worden. Er gibt folgende Vorschriften:

Rahm. 2 bis 5 *g*, je nach dem Fettgehalt, werden in einer 100 *g*-Flasche mit 3 *ccm* Ammoniakflüssigkeit, 3 bis 5 *ccm* Alkohol, 20 *ccm* Äther und 20 *ccm* Petroläther versetzt und nach den einzelnen Zusätzen geschüttelt. Falls bei saurem Rahm nach dem Schütteln mit Äther noch nicht vollständige Lösung eingetreten ist, wird das durch Zugabe von 3 bis 4 *ccm* Wasser oder Ammoniak erzielt. Nach 10 bis 15 Minuten gibt man 1 bis 1,5 *g* Tragant und, falls es nicht bereits erfolgt ist, 3 bis 4 *ccm* Wasser hinzu, schwenkt um und lässt einige

¹⁾ Vergl. diese Zeitschrift **32**, 252 (1893); **47**, 193 (1908); **48**, 781 (1909).

²⁾ Archiv d. Pharmazie **252**, 76 (1914).

Minuten quellen. Darauf schüttelt man, bis die Ätherschicht klar geworden ist, und lässt den Tragant sich am Boden festsetzen. Lösen sich beim Neigen der Flasche keine Tragantflocken mehr los, so wird die Ätherschicht abgegossen und die Flasche mit 15 *ccm* Petroläther in kleinen Anteilen nachgespült.

Butter. Man bringt 1 *g* Butter auf den Boden eines Erlenmeyerkölbchens von 100 *ccm* Inhalt, gibt 3 bis 5 *g* Wasser hinzu und erwärmt gelinde. Dann gibt man 3 bis 5 *ccm* Alkohol und, nach dem Erkalten, wie üblich je 20 *ccm* Äther und Petroleumäther hinzu. Nach einer Viertelstunde ballt man mit etwa 1 *g* Tragant und 1 bis 3 *ccm* Wasser unter lebhaftem Umschwenken, giesst die Fettlösung ab und spült mit 15 *ccm* Petroläther nach.

Käse. 2 bis 3 *g* Käse werden in ein Erlenmeyerkölbchen von 100 *ccm* Inhalt eingewogen und darin mit 5 *ccm* Salzsäure vom spezifischen Gewicht 1,12 über freier Flamme erwärmt, bis alles gelöst und die Lösung braun geworden ist. Dann fügt man vom Rande her 3 bis 5 *ccm* Alkohol zu und lässt erkalten. Hierauf schüttelt man mit 25 *ccm* Äther, setzt — wenn die Flüssigkeiten sich getrennt haben — 25 *ccm* Petroläther zu und schüttelt abermals in der Weise aus, dass man in einer Minute etwa 40 Schüttelstöße gibt. Nunmehr lässt man 10 bis 15 Minuten stehen, fügt 1 bis 1,5 *g* Tragant und 3 bis 5 *ccm* Wasser zu und bringt den Tragant dadurch zum Quellen, dass man den Kolben mehrmals lebhaft umschwenkt, nicht aber schüttelt. Nachdem man dann 2 bis 3 Minuten gewartet hat, schwenkt oder schüttelt man den Kolben kräftig durch, bis der Tragantkuchen gut geballt und die Fettlösung klar ist. Hierauf giesst man ab und spült mit 15 *ccm* Petroläther nach.

Eine Brom-Thermoprobe zur Untersuchung der Öle und Fette beschrieb C. Stiepel¹⁾. Es handelt sich um die Messung der Temperaturerhöhung, die das betreffende Fett in Tetrachlorkohlenstoff auf Zusatz einer Lösung von Brom in Tetrachlorkohlenstoff erfährt. Man wägt von nichttrocknenden oder halbtrocknenden Ölen etwa 2 *g*, von trocknenden oder von Thranen etwa 1 *g* genau in ein kleines Weinhold'sches Thermophorgefäß ab, ergänzt mit Tetrachlorkohlenstoff auf 10 *ccm* und stellt die Temperatur fest. Inzwischen hat man in ein bürettenartiges Tropfgefäß 7 *ccm* Tetrachlorkohlenstoff von derselben Temperatur und 0,5 *ccm* Brom eingemessen und lässt diese Mischung zur Öllösung zufließen. Durch Rühren mit dem Thermometer bestimmt man die

¹⁾ Chemische Revue über die Fett- u. Harzindustrie 1911, S. 198; durch Pharmazeutische Zentrallhalle 52, 877 (1911).