säure undurchsichtig braun purpurn gefärbt. Weder Para-, Marakaïbo-, noch Angostura- oder Illurinöl zeigen diese Färbungen in der gleichen Zeit in annähernd gleichem Grade; mitunter treten nach mehrstündigem Stehen schwache Rosafärbungen auf. Kienöl färbt die Salzsäure bekanntlich rotbraun. Die Salzsäurereaktion geben nicht: Terpentinöl, Lavendel-, Rosmarin- und Spiköl; Nelkenöl färbt die Salzsäure erst nach mehreren Stunden schwach rosa. In einem indifferenten Verdünnungsmittel kann man mittels der Salzsäurereaktion noch 5 % Gurjunöl nachweisen. Nach Ansicht des Verfassers eignet sich die Salzsäuremethode ihrer Einfachheit wegen auch für Laien, namentlich für Maler.

3. Auf Physiologie und Pathologie bezügliche Methoden.

Von

K. Spiro.

Die Bestimmung der Alkalien im Blute führt Max Federer¹⁾ in folgender Weise aus: Man misst in einem kleinen Messzylinder 20—25 ccm Blut ab, wägt auf Milligramme genau, giesst in einen Kjeldahlkolben von $\frac{1}{2}$ Liter Inhalt, wägt zurück und verascht nach A. Neumann²⁾. Die fertige Lösung wird in eine Platinschale gegossen, der Kolben zweimal nachgespült. Die quantitative Überführung der zurückgebliebenen Anteile, welche nur noch geringe Mengen Schwefelsäure enthalten, erfolgt direkt in ein Becherglas, das für die Weiterverarbeitung des Schaleninhaltes beiseite gestellt wird. Die Platinschale wird zunächst auf das Wasserbad gesetzt, das (zur Zerstörung der Nitrosylschwefelsäure) zugesetzte Wasser vollständig verdampft und dann die Schwefelsäure abgeraucht. Diese sonst lästige Operation kann in kurzer Zeit und ohne ständige Beaufsichtigung erfolgen, wenn man die Schale auf ein Tondreieck setzt, das auf einem durch einen Bunsenbrenner zur Rotglut erhitzten Drahtnetz ruht. Verluste durch Verspritzen sind dabei nicht zu befürchten. Ein gar zu rasches Abrauchen ist nur deshalb zu vermeiden, weil dann die Schwefelsäure eventuell über den Rand der Schale kriecht. Mit dem Erhitzen hört man auf, wenn die Nebelentwicklung schwächer wird, bevor also die letzten Reste der Schwefelsäure verjagt sind. Verfährt man genau so, dann erfolgt bei Wasserzusatz zu dem er-

¹⁾ Zeitschrift f. physiol. Chemie 89, 232 (1914).

²⁾ Vergl. diese Zeitschrift 42, 791 (1903) u. 45, 142 (1906).

kalteten Rückstände und Erwärmen auf dem Wasserbade klare Lösung, während nach dem völligen Abbrauchen der Säure — bei dem auch oft Substanzverlust durch Verspritzen eintritt — das zurückbleibende Salzgemisch sich nur schwer und nur durch Kochen mit Salzsäure löst. Man spült nun den Inhalt der Schale in das obenerwähnte Becherglas, fällt den Rest der Schwefelsäure mit Baryumchlorid in der Hitze, lässt den Niederschlag absetzen und versetzt, sofern bei weiterem Zusatz von Baryumchlorid keine Trübung erfolgt, mit alkalifreiem Barytwasser bis zur stark alkalischen Reaktion. Der Eintritt der letzteren gibt sich äusserlich dadurch zu erkennen, dass der feine, weisse Niederschlag von Baryumsulfat durch ausgeschiedenes Eisenhydroxyd bräunlich gefärbt und grobflockig wird und sich rasch absetzt. Man lässt über Nacht stehen, filtriert, wäscht mit kaltem Wasser, fällt im Filtrat Baryt und Kalk mit Ammoniak und Ammoniumkarbonat in der Wärme, filtriert nach 12 Stunden die abgeschiedenen Karbonate ab, wäscht wieder mit kaltem Wasser und dampft das Filtrat — zunächst in einer Porzellanschale, dann in einer Platinschale — ein. Den Rückstand trocknet man zunächst einige Zeit auf dem Wasserbade, dann in der Weise, dass die vermittelst eines Tondreiecks auf dem Ringe eines Stativs ruhende Platinschale aus einer Entfernung von zirka 10 cm einem durch einen Bunsenbrenner erhitzten Eisenblech (oder in Ermangelung eines solchen einem umgekehrten leeren Sandbad) durch Herunterschrauben des Ringes langsam genähert wird, bis Blech und Ring sich berühren. Dabei verflüchtigen sich die Ammonsalze schon zum Teile; zur vollständigen Entfernung derselben wird die Schale schliesslich mit dem — ständig bewegten — Bunsenbrenner zur schwachen Rotglut erhitzt. Der Rückstand wird mit wenig Wasser aufgenommen, die Lösung von kohligen Verunreinigungen, die von dem verwendeten Ammoniak herrühren, abfiltriert und die Reinheit der Alkalikarbonate dadurch erwiesen, dass ein Tropfen Ammonkarbonat nicht die geringste Trübung hervorruft. Sollte diese doch erfolgen, dann muss man nochmals mit Ammoniak und Ammonkarbonat versetzen, filtrieren, abdampfen, die Ammonsalze verjagen und nochmals prüfen. Bei exaktem Arbeiten ist dies aber niemals nötig. Nach Zusatz von einigen Tropfen Salzsäure wird eingedampft, die Alkalichloride werden wie die Karbonate getrocknet, schliesslich mit dem bewegten Bunsenbrenner direkt, aber — wegen der Leichtflüchtigkeit des Kaliumchlorids — nur so weit erhitzt, dass die Platinschale nicht glühend wird. Dabei ist es zweckmässig, diese anfangs durch eine aussen glasierte Porzellan-

schale bedeckt zu halten, da die Alkalichloride oft auch nach sehr sorgfältigem Trocknen beim Erhitzen dekrepitieren. Nach dem Erkalten im Exsikkator werden die Chloride gewogen, zur Bestimmung des Kaliums in wenig Wasser gelöst und die Lösung mit Platinchlorid versetzt. Für je 0,1 g der zur Wägung gebrachten Chloride sind mindestens 3 cm einer 10-prozentigen Platinchloridlösung erforderlich, oder 1,7 cm einer Lösung, die 10 g Pt im Liter enthält. Man dampft bis fast zur Trockene ein, nimmt mit 80-prozentigem Alkohol auf, zerdrückt die Salzmasse mit einem abgeplatteten Glasstabe, dekantiert auf ein gewogenes Filter und wiederholt die Behandlung des Rückstandes mit 80-prozentigem Alkohol, Zerdrücken mit dem Glasstabe und Dekantieren, bis der Alkohol farblos abläuft. Dann wird noch einige Male nachgewaschen, bei 110° getrocknet und gewogen.

Die Aufarbeitung der Platinrückstände erfolgt in folgender Art: Die Niederschläge von Kaliumplatinchlorid wurden in heissem Wasser gelöst, eingedampft und dann in demselben Gefässe die alkoholischen Filtrate zur Trockene gebracht. Da hierbei stets teilweise Reduktion zu metallischem Platin erfolgte, wurde der Rückstand mit Königswasser behandelt, die Lösung wieder eingedampft, mit Wasser aufgenommen, filtriert und mit ameisensaurem Natrium und Soda versetzt. Nach kurzem Erwärmen auf dem Wasserbade scheidet sich das metallische Platin in Form eines schweren, leicht filtrierbaren Pulvers vollständig ab. Man filtriert und wäscht dann mit Salzsäure und Wasser vollständig aus. Das in einem Porzellantiegel geglühte und gewogene Platin wird in Salzsäure und wenig Salpetersäure gelöst, die Salpetersäure durch abwechselndes Abdampfen mit Salzsäure und Wasser vollständig vertrieben, die Lösung schliesslich mit Chlorgas gesättigt, eingedampft und auf das gewünschte Volumen aufgefüllt.