lichkeit und Mangelhaftigkeit, weil nicht principieller Natur, durch fortgesetzte Variation der Experimente beseitigt werden können.

Wie die mitgetheilten Analysen zeigen, gibt auch diese Methode den Kohlenstoff ein wenig zu klein; ebenso verhält sich aber auch der Stickstoff. Wir fanden fast regelmässig ein etwas zu kleines Volum des Gesamtgases. Man darf aber nicht bald nach Gewinnung der Gase durch die Verbrennung ablesen, weil das Glas des Eudiometers sich so langsam abkühlt. Denn wenn wir selbst $\frac{1}{2}$ Stunde nach Aufstellung des Rohres ablasen, fehlte kein Gas, sondern wir hatten zu viel. Am andern Morgen aber, wenn Temperaturgleichgewicht sich überall im Gaslaboratorium hergestellt hatte, war das Volum des Gesamtgases fast regelmässig zu klein. — Es versteht sich von selbst, dass öfters die Abwesenheit von Sauerstoff im Stickstoff durch Verpuffen mit Wasserstoff und Knallgas oder durch Prüfung mit Kaliumpyrogallat festgestellt wurde.

b. Bestimmung näherer Bestandtheile.

Einige massanalytische Methoden zur Bestimmung des Hydroxylamins. Versetzt man nach W. Meyeringh*) eine Lösung von Hydroxylamin mit einer genügenden Menge von Magnesia oder Natriumphosphat und einem geringen Ueberschuss von Jodlösung, so lässt sich die Base durch Zurücktitriren des überschüssigen Jods mit Hyposulfitlösung quantitativ bestimmen. Die Oxydation von 1 Mol. Hydroxylamin findet genau durch 2 Atome Jod statt, wenn die gebildete Jodwasserstoffsäure gleich durch Magnesia neutralisirt wird. Die Reaction erfolgt nach der Gleichung:

Auch die Bestimmungsmethode des Hydroxylamins durch Oxydation mittelst Ferrisulfats und Titrirung mit Chamäleon ist genau, sobald man das Eisensalz bei einer Temperatur von 80—90° auf die Base einwirken lässt.

Die Oxydation erfolgt nach folgender Gleichung:

Chromsäure hat sich für die Analyse als unbrauchbar erwiesen.

Bei der Bestimmung des Hydroxylamins mit Fehling'scher Lösung ergab sich, dass 1 Mol. Hydroxylamin genau durch 2 Mol. $\text{Cu} \Theta$

*) Ber. d. deutsch. chem. Gesellsch. z. Berlin **10**, 1940.

in alkalischer siedender Lösung oxydirt wird. Die Reaction erfolgt nach der Gleichung:

Die quantitative Bestimmung des Theobromins im Cacao und in der Chocolate. G. Wolfram*) benutzt die Fällbarkeit des Theobromins aus saurer Lösung durch phosphorwolframsaures Natron zu seiner quantitativen Bestimmung. Als Reagens diene eine Lösung von 100 g wolframsaurem Natron und 60—80 g phosphorsaurem Natron in 500 cc mit Salpetersäure angesäuertem Wasser. Es ist zu bemerken, dass der Niederschlag nur entsteht in stark saurer, mindestens 6 % wasserfreie Salpeter- oder Schwefelsäure haltender Flüssigkeit und bei Zusatz eines grossen Ueberschusses von phosphorwolframsaurem Natron.

Das Verfahren ist folgendes:

Liegen geschälte Cacaobohnen zur Untersuchung vor, so werden dieselben vor Allem im heissen Mörser zum dickflüssigen Brei zerrieben. 10 g dieser Masse, oder 20—30 g Chocolate, werden längere Zeit mit kochendem Wasser behandelt, mit ammoniakalischem Bleiessig oder Bleizucker bis zum geringen Ueberschuss versetzt, heiss filtrirt und mit heissem Wasser so lange ausgewaschen, bis das angesäuerte Filtrat mit phosphorwolframsaurem Natron beim Erkalten keine Spur eines Niederschlages gibt. Es werden zum Auswaschen, welches sehr schnell von Statten geht, ungefähr 700—800 cc Wasser gebraucht. Das Filtrat, welches bei Ueberschuss an ammoniakalischem Bleizucker wasserhell erscheint, wird mit Natronlauge versetzt und bis auf ca. 50 cc Flüssigkeit eingedampft, mit Schwefelsäure stark angesäuert und das gefällte schwefelsaure Blei abfiltrirt. Das Filtrat wird mit einem grossen Ueberschusse von phosphorwolframsaurem Natron gefällt. Die Abscheidung des schleimigen, gelbweissen Niederschlages in Flocken wird durch gelindes Erwärmen und Umrühren beschleunigt. Nach einigen Stunden wird die erkaltete Flüssigkeit filtrirt und mit Hülfe von 6—8 procentiger Schwefelsäure auf's Filter gebracht und damit ausgewaschen. Darauf wird das Filter mit dem Niederschlage in einem Becherglase mit Aetzbarytlösung bis zur stark alkalischen Reaction versetzt, die Zersetzung durch Wärme erleichtert, das überschüssige Barythydrat

*) Jahresbericht der Königl. Chem. Centralstelle f. öffentliche Gesundheitspflege in Dresden 1878. Vom Verf. eingeschickt.