1 g Metol mit 2—3 *ccm* reiner, konzentrierter Salzsäure. Ist nach einigen Minuten nicht alles klar gelöst, so ist p-Amidophenol zugegen.

Einige Bemerkungen über die Uffelmann'sche Milchsäure-reaktion bringt A. Kwisda¹⁾. Diese Reaktion besteht darin, dass durch Eisenchlorid blauviolett, respektive amethystähnlich, gefärbte Karbol-lösung auch noch durch stark verdünnte Milchsäurelösung gelb bis grünlichgelb gefärbt wird. Die durch Salzsäure entfärbte Eisenchlorid-Karbolsäuremischung gibt diese Reaktion ebenfalls, jedoch wird, wie Kwisda gefunden hat, durch die Gegenwart der Salzsäure die Empfindlichkeit der Reaktion wesentlich beeinträchtigt. Eine durch Eisenchlorid violett gefärbte Salizylsäurelösung liefert mit Milchsäure dieselbe Reaktion. Da die Salizylfärbung viel intensiver auftritt als die Karbolfärbung, so genügen viel verdünntere Lösungen zur Herstellung des Reagenses, wodurch die Empfindlichkeit der Reaktion gesteigert wird. Auch diese Lösung wird durch verdünnte Salzsäure entfärbt, und auch hier macht sich der hemmende Einfluss eines Salzsäureüberschusses deutlich geltend. Zu seinen Versuchen benutzte der Verfasser eine Eisenlösung von 0,1 g sublimiertem Eisenchlorid in 500 *ccm*, eine Salizylsäurelösung von 0,1 g in 100 *ccm* und eine Milchsäurelösung von 0,1 *ccm* käuflicher, reiner Milchsäure in 20 *ccm* Wasser. Noch empfindlicher wird die Reaktion, wenn man die Eisenchloridlösung allein als Reagens verwendet. Schon 2—3 Tropfen einer 0,05 ‰-igen Milchsäurelösung geben mit 3 *ccm* Eisenchloridlösung eine deutliche Färbung. — Salzsäure, Karbolsäure, Salizylsäure und Essigsäure hemmen die Reaktion. Die gleiche Färbung wie Milchsäure liefern Weinsäure, Äpfelsäure und Zitronensäure, ähnliche Färbungen geben Oxalsäure und Bernsteinsäure.

2. Quantitative Bestimmung organischer Körper.

a. Elementaranalyse.

Zur Bestimmung des Schwefels und der Halogene in organischen Körpern. Schon vor längerer Zeit hat W. Hempel²⁾ für die Schwefelbestimmung vorgeschlagen, die betreffende Substanz in einer 10 l fassenden, mit Sauerstoff gefüllten Flasche zu verbrennen und, nach Oxydation der schwefligen Säure mit Brom, die Schwefelsäure als Baryumsulfat zu fällen und zu wägen.

1) Zeitschrift d. allgem. österr. Apotheker-Vereines **44**, 431.

2) Vergl. diese Zeitschrift **22**, 477.

Edmund Graefe¹⁾ hat diese Methode speziell für Öle, bituminöse Körper, Kohlen und ähnliche Substanzen vereinfacht und vervollkommenet und gibt ihr folgende Gestalt.

Als Verbrennungsgefäß dient eine 6—7 l fassende Flasche, die in üblicher Weise mit Sauerstoff gefüllt ist. Hatte man dieselbe vorher mit Leitungswasser gefüllt, so wäscht man den Sauerstoff zweimal mit je 100 *ccm* destilliertem Wasser, indem man die verschlossene Flasche damit schüttelt und dann das Wasser aus der nach unten gekehrten Öffnung durch kurzes Lüften des Verschlusses ausfließen lässt. Die Substanz bringt man in einen kleinen Platinfiltrierkonus, der mit etwas Watte gefüllt ist. Der Konus wird an einem Kupferdraht befestigt, der seinerseits in den Verschlussgummistopfen der Flasche gesteckt ist. Dieser Stopfen ist gegen Anbrennen an seiner Unterseite durch eine Asbestscheibe geschützt.

Durch den Stopfen geht das Rohr eines Scheidetrichters, aus dem man Natriumperoxydlösung einfließen lassen kann. Die Zündung wird durch einen bis zu der Watte des Platinkonus führenden Zwirnsfaden bewirkt, den man entweder bis zur Mündung des Gefäßes führt und bei etwas gelüftetem Stopfen mit einem Streichholz entzündet, worauf man schnell den Kork aufsetzt und fest in den Flaschenhals drückt. Oder man führt einen zweiten Kupferdraht durch den Stopfen, spannt zwischen beide Drähte einen dünnen Platindraht, an dem man den Zwirnsfaden befestigt. Bringt man den Platindraht auf elektrischem Wege zum Glühen, so entzündet sich der Faden.

Sehr flüchtige Körper füllt man in kleine, an einem Ende zugeschmolzene Glasröhrchen, verschliesst diese mit einem kleinen Paraffinpfropfen und legt sie mit diesem nach unten in den Platinkonus.

Bei der Verbrennung bedeckt man die Flasche mit einer Drahtnetzhaube. Nach Beendigung derselben giesst man auf die bereits abgekühlte Flasche kaltes Wasser, erzeugt so einen luftverdünnten Raum und lässt dann aus dem Scheidetrichter die Peroxydlösung einfließen.

J. Marcusson und H. Döschner²⁾ haben nun ihrerseits diese Methode wieder weiter abgeändert, so dass sie zur Bestimmung der Halogene und des Schwefels allgemein verwendbar ist. Zur Aufnahme

1) Zeitschrift f. angew. Chemie **16**, 616.

2) Chemiker-Zeitung. **34**, 417.

der Substanz verwendet man ein zylindrisches, mit einer seitlichen Öse zum Einhängen in den Draht versehenes, mit Watte gefülltes kleines Platingefässchen, dessen Seitenwände mit feinen Löchern versehen sind. Verschluss wird die Verbrennungsflasche durch einen eingeschlifften Glasstöpsel, in den der das kleine Platingefäss tragende Aufhängedraht eingeschmolzen ist. Der Aufhängedraht besteht aus Platin oder platinisiertem Nickel (1—1,5 mm Durchmesser).¹⁾ Die Arbeitsweise ist folgende.

Die mit destilliertem Wasser beschickte Flasche wird in üblicher Weise mit Sauerstoff gefüllt und nach Eingiessen von 100 ccm einer 10-prozentigen, halogenfreien Natronlauge mit einem Korkstopfen verschlossen. In dem mit Watte ausgelegten Platingefäss wird die zu verbrennende Substanz (zirka 0,3 g) abgewogen und mit einer dünnen Watteschicht bedeckt. Nunmehr hängt man das Platingefäss in den Aufhängedraht ein und wickelt einen Zwirnsfaden in wenigen Windungen um den Draht, so dass das eine Ende in die Watte des Platingefässes hineinragt, während das andere Ende bis zum Glasstopfen reicht; letzterer ist dünn einzufetten. Jetzt nimmt man den Korkstopfen von der Verbrennungsflasche ab, führt den Glasstöpsel mit Draht und Platingefäss teilweise in die Flasche ein und zündet den Zwirnsfaden oben an. Sobald der Faden brennt, wird der Glasstöpsel fest eingesetzt. Der Faden brennt herunter und entzündet die Watte mit der Substanz. Während der Verbrennung ist der Glasstöpsel festzuhalten. Nach etwa einstündigem Stehen spült man den Inhalt der Flasche in ein Becherglas und reduziert etwa gebildete Chlorate mit einem geeigneten Reduktionsmittel, zum Beispiel gepulverter Devarda'scher Legierung²⁾, indem man einige Minuten lang erwärmt. Hierauf wird mit verdünnter Salpetersäure angesäuert, filtriert und in bekannter Weise mit Silbernitrat gefällt oder titriert.

Leicht flüchtige Substanzen werden, wie bei Graefe angegeben ist, abgewogen und verbrannt.

Bei Stoffen mit sehr hohem Halogengehalt befördert man die Verbrennung dadurch, dass man die Watte in dem kleinen Platingefäss mit 4—5 Tropfen Toluol, Petroleum oder dergleichen tränkt. Jodhaltige

¹⁾ Kupfer, welches bei der Schwefelbestimmung keine Schwefelsäure aufnimmt, kann bei Halogenbestimmungen nicht verwandt werden, weil es Halogen absorbiert.

²⁾ 50 Teile Kupfer, 45 Teile Aluminium, 5 Teile Zink.

Stoffe erzeugen Dämpfe von freiem Jod, das durch Umschütteln mit der Natronlauge in Lösung gebracht wird. Das Verfahren hat sich für die Analyse fester und leichtflüchtiger Stoffe gut bewährt.

Die beschriebene Versuchsanordnung ist auch für die Bestimmung des Schwefelgehalts organischer Stoffe zu empfehlen. Nach beendigter Verbrennung oxydiert man das Reaktionsprodukt mit einigen Tropfen Brom. Der Überschuss von Brom wird weggekocht, die Lösung angesäuert, filtriert und mit Chlorbaryum gefällt.

Der beschriebene Apparat wird von den Vereinigten Fabriken für Laboratoriumsbedarf, Berlin, geliefert.

b. Bestimmung näherer Bestandteile.

Über die Gehaltsbestimmung von Eisessig berichtet P. A. W. Self¹⁾. Jegliche Verluste durch Verflüchtigung vermeidet man bei Einhaltung der folgenden Vorschrift: Man zieht ein enges Reagensrohr etwa 1 Zoll vom geschlossenen Ende zu einer Kapillare aus, wägt das Rohr und bringt die geeignete Menge Säure hinein, indem man die Kugel erwärmt und wieder erkalten lässt, während man das offene Ende der Kapillare in den Eisessig eintaucht. Nun schmilzt man die Kapillare zu, wägt wieder und bringt das Röhrchen in eine Glasflasche mit gut schliessendem Stopfen, die mit überschüssigem Normalalkali beschickt ist. Sodann schüttelt man tüchtig, um das Röhrchen zu zerbrechen, und titriert den Überschuss an Alkali mit Normalsäure zurück²⁾.

Zur Bestimmung von Pyridin in Ammoniakwasser destilliert man nach A. C. Houghton³⁾ zunächst Ammoniak und Pyridin zusammen ab, zerstört das Ammoniak mit Hypobromit und destilliert das Pyridin in $\frac{1}{10}$ -Normal-Säure über. Die Ausführung der Bestimmung ist folgende: Man verdünnt 100 ccm Ammoniakwasser auf zirka 250 ccm, versetzt unter Kühlung mit fließendem Wasser das Gemisch mit verdünnter Schwefelsäure (1 : 3), bis eben Methylorangerötung eintritt, und destilliert nach Zugabe von 5 ccm Normal-Natronlauge. Zum Destillat setzt man 100 ccm Natriumhypobromitlösung (100 g Natronhydrat,

1) Pharm. Journ. **83**, 729; durch The Analyst **35**, 70.

2) Das gleiche Verfahren wenden W. Schranz und ich für die Analyse der rauchenden Schwefelsäure an. Vergl. Zeitschrift f. angew. Chemie 1896, Seite 454. P. D.

3) Journ. of Ind. and Engin. Chem. **1**, 698; durch Chem. Zentralblatt **81** I. 1294.