Sauerstoff Luft durch die Röhre gehen und hat nur noch das in der Entbindungsröhre durch die Wirkung der Kühlapparate in beträchtlichem Maasse condensirte Wasser in das Chlorcalciumrohr zu treiben. Zu diesem Zweck löst man die Verbindung der Kühlapparate mit der Wasserleitung und stellt die Communication derselben mit einem Gefäss her, welches kochendes Wasser enthält. Es wird zudem ein Streifen aus dünnem Kupferblech, dessen Breite etwas grösser ist als der Durchmesser der Entbindungsröhre und der nahezu über die ganze freistehende Länge der letzteren reicht, um diese herumgelegt und an der ausserhalb des Kühlapparates liegenden Parthie mit einer kleinen Flamme erhitzt. In kurzer Zeit ist das gesammte Wasser in das Chlorcalciumrohr getrieben und ist, wenn am Ausgangspunkt der Absorptionsapparate Luft auftritt, die Operation beendigt. — Wird nach der Abnahme der Absorptionsapparate ein bereit gehaltenes zur Hälfte mit Natronkalk, zur Hälfte mit Chlorcalcium beschicktes Rohr vorgelegt, so kann der Apparat nach beliebig langer Zeit ohne weitere Vorbereitung sofort wieder zu einer Verbrennung benutzt werden.

Die von dem Verfasser mitgetheilten Versuchsergebnisse lassen erkennen, dass auf diesem Wege ganz richtige Elementaranalysen ausgeführt werden können.

b. Bestimmung näherer Bestandtheile.

Eine Methode zur volumetrischen Bestimmung des Chloroforms hat L. de Saint-Martin*) empfohlen. Dieselbe ist sowohl auf Lösungen als auch auf gasförmiges Chloroform anwendbar und beruht auf der Umsetzung des Chloroforms mit concentrirter alkoholischer Kalilauge im Sinne der Gleichung:

Es bildet sich ameisensaures Kali und Chlorkalium.

Wie die Versuche des Verfassers ergeben haben, geht diese Reaction in der Kälte nur allmählich vor sich; erst im Verlauf von etwa 150 Stunden wird das Maximum der Zersetzung erreicht. Bei 100° C dagegen gelangt man schon nach 3 Stunden zu demselben Ziele. Dieses Maximum beträgt nur 99,1 % des vorhandenen Chloroforms; eine vollständige Umwandlung im Sinne der obigen Gleichung hat der Verfasser nicht erzielen können.

*) Comptes rendus **106**, 492.

Für die Bestimmung des Chloroforms in Flüssigkeiten, zum Beispiel gesättigtem Chloroform-Wasser, verfährt man in folgender Weise:

10 cc des Chloroformwassers, 2 cc sehr concentrirte Kalilauge und 20 cc Alkohol werden in ein Einschmelzrohr, das zur feinen Spitze ausgezogen ist, gebracht. Man schmilzt die Spitze zu und erhitzt die Röhre 3 Stunden lang im kochenden Wasserbade. Nach dem Erkalten wird der Inhalt der Röhre in ein Becherglas gespült und nach dem Zusatz eines Tropfens Phenolphthalein mit $\frac{1}{4}$ Normal-Schwefelsäure genau neutralisirt. Man lässt nun vollständig erkalten und bestimmt volumetrisch den Chlorgehalt nach der Mohr'schen Methode mittelst Silbernitrat unter Benutzung von Kaliumbichromat als Indicator.

Aus dem gefundenen Chlorgehalt berechnet sich nach der obigen Gleichung der Gehalt des Chloroform. Erhöht man dieses Resultat um 0,9 %, um den constanten Verlust an Chloroform zu compensiren, so gibt diese Zahl den vorhandenen Gehalt an Chloroform an. Die Abnahme der Alkalinität der Flüssigkeit, welche sich aus dem Verbrauch an Schwefelsäure beim Neutralisiren ergibt, liefert gleichzeitig eine Controle der Bestimmung, wenn sie auch bei der Schwierigkeit, die concentrirte Kalilauge abzumessen, keine genauen Resultate liefern kann.

Der Verfasser fand, dass 100 cc Wasser 0,64 g Chloroform zu lösen im Stande sind, welches Resultat mit den Angaben J. Regnaults, der den Gehalt des gesättigten Chloroform-Wassers zu 0,90 g pro 100 cc bestimmt hat, nicht im Einklang steht.

Wie sich der Verfasser durch Versuche überzeugt hat, stören die Gegenwart des Alkohols und des ameisensauren Kalis die Titration nach der Mohr'schen Methode nicht, wenn man dieselbe in der Kälte vornimmt.

Für die Zersetzung von reinem Chloroform, respective concentrirteren Lösungen, bedient man sich am besten einer Auflösung von Aetzkali in 60 %igem Alkohol. Dieselbe wird erhalten durch Vermischen von 1 Vol. concentrirter Kalilauge mit 2 Vol. Alkohol von 90 %. Dieses gewählte Verhältniss hat den Vortheil, dass das zu bildende Chlorkalium in Lösung gehalten wird.

Um Chloroform in Gemischen von Luft und Chloroformgas zu bestimmen, wird ein mit ausgezogener Spitze und Glashahn versehener Ballon von ungefähr 1 Liter Inhalt luftleer gepumpt und in denselben 30 cc der alkoholischen Kalilösung von obiger Concentration eingelassen. Man bestimmt nun mittelst eines Quecksilbermanometers den im Ballon

verbliebenen Druck, verbindet den Kolben mit dem das Gasgemisch enthaltenden Reservoir und lässt das Gas nach Oeffnung des Glashahnes so lange einströmen, bis der Gleichgewichtszustand wieder hergestellt ist.

Bezeichnet V das Volum des Ballons, f den Druck in dem evacuirten Ballon und H den Barometerstand, so ist die zur Analyse verwandte Gasmenge:

$$(V - 30 \text{ cc}) \frac{H - f}{H}.$$

Der geschlossene Ballon wird 8—10 Tage lang an einem warmen Orte stehen gelassen. Nach dieser Zeit wird alsdann in der oben angegebenen Weise in 20 cc des Balloninhaltes der Chorgehalt bestimmt. Durch Umrechnung auf's Ganze erfährt man den Gehalt des Gasgemisches an Chloroform.

Der Verfasser glaubt, dass sich diese Methode überhaupt zur Bestimmung von halogensubstituirt organischen Verbindungen wird anwenden lassen und behält sich weitere Versuche hierüber vor.

IV. Specielle analytische Methoden.

Von

F. Hofmeister und W. Lenz.

1. Auf Lebensmittel, Gesundheitspflege, Handel, Industrie, Landwirthschaft und Pharmacie bezügliche.

Von

W. Lenz.

Die Frage: Welche Grundsätze sollen bei der chemischen Untersuchung und Begutachtung der Weine allgemein als Richtschnur dienen? ist auf dem internationalen land- und forstwirthschaftlichen Congresse in Wien*) auf Grund der beiden im Druck vorliegenden Referate von W. Fresenius**) und von B. Haas***) durch Annahme folgender Grundsätze beantwortet worden:

*) Laut Protokoll Wien 1891, Verlag der „Zeitschrift für Nahrungsmittel-Untersuchung und Hygiene“.

**) Wien 1890. Verlag der K. K. Landwirthschafts-Gesellschaft in Wien; vom Verfasser erhalten.

***) Desgleichen. Im Anschluss hieran möchte ich auf die im gleichen Verlage bei Gelegenheit desselben Congresses erschienenen „Vorschläge zur Durchführung einheitlicher Untersuchungsmethoden bei der Analyse der Handels-Futtermittel“ von Dr. K. Kornauth, auf „Die Bestimmung des Stick-