Nachdem das in dem Baryumsulfatniederschlag enthaltene Fluor in dem Goldtiegel ausgetrieben und von dem Ätzkali aufgenommen worden ist, löst man das letztere in Wasser, scheidet die Kieselsäure ab und erzeugt nach Zusatz von wenig Natriumsulfat durch Baryumnitrat nochmals einen kleinen Baryumsulfatniederschlag, der wie oben behandelt und nach dem Trocknen gewogen wird. Ein kleiner Teil des Niederschlags dient zur Identifizierung des Fluors, während der grössere Teil, der aber höchstens 3 mg Fluor enthalten soll, in einem kleinen, ebenso wie der Goldtiegel eingerichteten Platintiegel mit Schwefelsäure zersetzt wird. Das Fluor wird von grob gepulvertem, angefeuchtetem Bleiglas als Bleifluorid aufgenommen, das letztere durch Behandeln mit Kaliumchloratlösung gelöst und nach Umwandlung in Bleisulfid kolorimetrisch bestimmt. Die Umrechnung der gefundenen Bleimenge auf Fluor geschieht unter Benutzung von Koeffizienten, die mit bekannten Mengen Kalziumfluorid unter genau den gleichen Bedingungen festgestellt werden. In Betreff der Einrichtung der Tiegel und der Einzelheiten der Ausführung muss auf das Original verwiesen werden. Die Verfasser haben die Brauchbarkeit des Verfahrens durch Versuche mit künstlichen Gemischen bewiesen, die bekannte Fluormengen enthielten.

Zur Charakterisierung geringster Fluormengen in dem kieselsäurefreien kleinen Baryumniederschlag bedienen sich die Verfasser des Ätzverfahrens und benutzen dabei einen kleinen Apparat, der im Original näher beschrieben und abgebildet ist.

Zur Bestimmung der Alkalien in Gesteinen bemerkt H. V. Krishnayya¹⁾, dass die Flusssäuremethode in manchen Fällen der Methode von Lawrence Smith vorzuziehen und auch dann nicht wohl zu umgehen ist, wenn die zur Ausführung der Smith'schen Methode erforderlichen Apparate, Tiegel und Glühvorrichtung, fehlen. Die zeitraubende Abscheidung von Eisen und Tonerde durch Ammoniak lässt sich bei dem Flusssäureverfahren dadurch vermeiden, dass man die nach dem Aufschluss mit Flusssäure und Schwefelsäure erhaltene Lösung in einer Platinschale zur Trockne dampft und den Rückstand über freier Flamme glüht, bis die Schwefelsäure ausgetrieben ist. Eisen und Tonerde werden hierbei in unlösliche Oxyde übergeführt, ohne dass eine Verflüchtigung der als Sulfate vorhandenen Alkalien zu befürchten ist. Der Glührückstand wird mit einem Glasstab zerdrückt und in einem

¹⁾ Chem. News **107**, 100.

kleinen Becherglas 1 bis 2 Minuten mit wenig Wasser gekocht. Man fällt, ohne zu filtrieren, mit Baryumchlorid, gibt überschüssiges Baryumhydroxyd hinzu und verfährt dann in üblicher Weise.

III. Chemische Analyse organischer Körper.

Von

P. Dobriner unter Mitwirkung von **A. Oswald**.

1. Qualitative Ermittlung organischer Körper.

Der Nachweis von Azetessigsäure durch Nitroprussidnatrium und Ammoniak wird von Victor John Harding und Robert Fulford Ruttan¹⁾ empfohlen. Ihre Untersuchungen ergaben, dass Le Nobel's²⁾ Nachweis von Azeton im Harn durch Essigsäure, Nitroprussidnatrium und Ammoniak in Wirklichkeit eine Reaktion auf Azetessigsäure ist, mit Hilfe deren sich diese Säure noch in einer Verdünnung von 1 : 30000 erkennen lässt, während die gewöhnliche Eisenchloridreaktion schon bei einer Verdünnung von 1 : 7000 versagt.

Eine einfache Methode zur Charakterisierung des Akroleins gibt W. Oechsner de Coninck³⁾ an. Man leitet den Akroleindampf in Wasser, durch welches ein langsamer Sauerstoffstrom hindurchgeht, bis die Lösung stark sauer reagiert. Nun wird mit frisch gefälltem Silberoxyd behandelt und die klare Flüssigkeit konzentriert. Es kristallisiert alsdann reines akrylsaures Silber aus.

Eine Unterscheidung zwischen Aldosen und Ketosen gründet Mario Betti⁴⁾ auf das verschiedene Verhalten der Zuckerarten gegenüber α -Amidobenzyl- β -Naphtol. Dieses bildet mit Aldosen wohl kristallisierte Verbindungen, während Ketosen damit nicht reagieren. d- α -Amidobenzyl- β -Naphtol ($[\alpha]_D$ 58,90°) und d-Mannose geben in verdünnter alkoholischer Lösung die Verbindung $C_{17}H_{13}ON : C_6H_{12}O_5$, welche farblose Nadeln vom Schmelzpunkt 207—208° bildet.

d-Galaktose gibt eine analoge Verbindung, kleine Prismen vom Schmelzpunkt 206°. Mit Formose, Fruktose und d-Sorbinose konnten keine kristallisierten Produkte isoliert werden.

¹⁾ Bio-Chem. J. 6, 445; durch Journ. of the chem. Society 104, II, 79.

²⁾ Vergl. diese Zeitschrift 24, 148 (1885).

³⁾ Bull. Acad. roy. Belg. 1912, S. 524; durch Journ. of the chem. Society 104, II, 79.

⁴⁾ Gazzetta 42, I, 288; durch Journ. of the chem. Society 102, II, 498.