Reihe von Pflanzenarten auf ihren Gehalt an Schwefelverbindungen hin untersucht. Er unterscheidet vier verschiedene Gruppen von Schwefelverbindungen: 1. Die flüchtigen schwefelhaltigen Substanzen, 2. die Sulfate, 3. die löslichen Verbindungen, die nicht oxydierten Schwefel enthalten, und 4. die unlöslichen nicht oxydierten Schwefel enthaltenden Komplexe. Bei Kohlrüben und Kohlpflanzen, die auf freiem Felde gewachsen waren, waren durchschnittlich 10% des Gesamt-Schwefels in den flüchtigen Verbindungen enthalten. Bei Rettichen und bei Kleepflanzen, die im Gewächshaus gezogen wurden, war die Menge der flüchtigen Schwefelverbindungen von der Sulfatdüngung abhängig, und zwar war sie um so größer, je größer die verwendete Sulfatmenge war. Verf. gelang es in dem roten Klee, in dem Alfalfa-Gras, in dem June-Gras und in dem Zuckerrübenkraut flüchtige Schwefelverbindungen nachzuweisen, deren Vorhandensein in diesen Pflanzen bisher noch nicht bekannt war. Auch in der Milch wurde flüchtiger Schwefel nachgewiesen. Über die Natur dieser flüchtigen Schwefelverbindungen herrscht noch Unklarheit. In den Kohlrüben liegt der flüchtige Schwefel anscheinend in Sulfidform vor. Die Sulfate in den untersuchten Pflanzen, die auf freiem Felde gewachsen waren, machten 10—50% des Gesamt-Schwefels aus. Wo dem Boden reichlich Sulfate zugeführt worden waren, zeigten auch die Gewebe höheren Sulfatgehalt. Raps-, Rettich- und Kleepflanzen, die im Gewächshause auf schwefelarmem Boden gewachsen, jedoch mit einem Überschuß von Stickstoff, Phosphor und Kalium gedüngt worden waren, enthielten keine Sulfate. Bei Pflanzen, die nicht mit Sulfaten gedüngt worden waren, lagen 90% und mehr des Gesamtschwefels in nicht oxydierter Form, anscheinend an Proteine gebunden, vor. In den unter normalen Bedingungen gewachsenen Pflanzen betrug der Prozentsatz an nicht oxydiertem Schwefel 50—65%. Verf. hat außerdem eine neue Methode zur Bestimmung der flüchtigen Schwefelverbindungen beschrieben. Das Material wird in einer Röhre mittels schwefelfreier Luft getrocknet, die abziehenden Gase werden über erhitztes Kupferoxyd geleitet und von diesem oxydiert. Der Schwefel wird völlig als Kupfersulfat gebunden.

R. Strohecker.

Emil Fischer und Ch. Rund: Teilweise Acylierung der mehrwertigen Alkohole und Zucker. II. (Ber. Deutsch. Chem. Gesellsch. 1916, 49, 88—105.)

C. Ciaccio: Untersuchungen über die Autooxydation der Lipoidstoffe und Beitrag zur Kenntnis einiger Pigmente (Chromolipoid) und Pigmentkomplexe. (Biochem. Zeitschr. 1915, 69, 313—333)

Allgemeine analytische Methoden und Apparate.

A. Fornet: Vorschläge zur Bestimmung des Wassergehaltes in Nahrungs- und Futtermitteln. (Chem.-Ztg. 1916, 40, 784.) — Als Grundlage für exakte Wasserbestimmungen besonders in Getreide und Mehl schlägt Verf. vor, die zu untersuchende Substanz in einem U-Rohr durch ein Kochsalzbad von 104° C bei gleichzeitigem Durchleiten von Kohlendioxyd oder Wasserstoff zu erhitzen. Diese Methode ergibt ähnliche hohe Werte wie die Vakuummethode, ist aber wie diese für die Praxis zu umständlich. Wasserbestimmungen in Mehl ergeben bei 125° in 16 Stunden, bei 160° in etwa 70 Minuten fast gleiche Werte, wie empirisch festgestellt wurde. Auf diesen Grundlagen beruht der Fornet'sche Schnellwasserbestimmer, bei dem in Verbindung mit einem Trockenschrank eine Hebelwaage derart angebracht ist, daß die im Innern des Schrankes beim Trocknen erfolgende Gewichtsabnahme außen an einer Skala direkt in Prozenten des Wassergehaltes der Substanz ablesbar ist. Die Trockenzeit beträgt nur 10 Minuten, während die erhaltenen Resultate

durchweg nur um $\frac{1}{4}\%$ von den analytischen abweichen. Inwieweit sich der Apparat für das chemische Laboratorium eignet, ist noch durch vergleichende Untersuchungen mit der U-Rohr-Methode zu ermitteln.

J. Großfeld.

C. Baumann und J. Großfeld: Abwägeschiffchen für Stickstoffbestimmungen nach Kjeldahl. (Pharm. Zentralhalle 1916, **57**, 647—648; Chem.-Ztg. 1916, **40**, 792 u. Zeitschr. angew. Chem. 1916, **29**, I, 364.) — Zur Vermeidung der Abwägeschwierigkeiten bei feuchten und klebrigen Substanzen wie Fleisch, Milch, Blut, Käse, Marmeladen und zur bequemen Überführung der abgewogenen Substanz in den Verbrennungskolben zur Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl dienen Abwägeschiffchen aus Pergamentpapier, die von Macherey, Nagel & Co. in Düren hergestellt werden. Die Schiffchen wiegen etwa 0,25—0,30 g und sind bei einer Aufnahmefähigkeit für etwa 5—6 g Substanz selbst praktisch stickstofffrei (ein Schiffchen enthielt im Mittel 0,00014 g N). Bei der Verbrennung wird das Papier vollständig vergast, verbraucht aber entsprechend der geringen Masse nur unbedeutend erhöhte Mengen Schwefelsäure, sodaß die bisher für die Kjeldahl-Methode vorgeschriebenen Mengenverhältnisse keine Änderung erfahren.

J. Großfeld.

Otto Nolte: Über die Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl. (Zeitschr. analyt. Chem. 1916, **55**, 185—189.) — Verf. prüft den Einfluß von anorganischen, schweflige Säure bildenden Stoffen auf den Verbrennungsprozeß nach Kjeldahl. Hierbei wurde bei Zusatz von 13 g metallischem Quecksilber ein so erheblicher Verlust an Stickstoff, verursacht durch die hohe Konzentration der Lösung beim Aufschluß, beobachtet, daß von der weiteren Verwendung dieses Metalles Abstand genommen wurde. So wurden im Coffein statt 28,78% nur 13,23—19,05%, in Harnsäure von 33,08% nur 6,11—8,55% wiedergefunden. Selbst Ammoniumsulfat, nach Kjeldahl behandelt, zeigte erhebliche Verluste. [Dieser Befund ist bei der allgemeinen Verwendung von Quecksilber zu Stickstoffbestimmungen nach Kjeldahl so auffällig, daß er einer Nachprüfung bedarf. — Ref.] Bei Verwendung von Kupferblech statt des Quecksilbers trat kein so hoher Verlust auf. Harnsäure, Coffein und Silbercyanid zeigten aber bei Zusatz von Kupfer ähnliche Beeinflussung der Werte wie beim Zuckerzusatz. Bei Silbercyanat, Trimethylaminhydrochlorid, Pyridinhydrochlorid findet bei Zusatz von Kupfer beschleunigte Umwandlung in Ammoniak statt. Antipyrin ergab ganz unregelmäßige Werte. Aus den Untersuchungen geht hervor, daß das sich bildende Schwefeldioxyd von einigem Einflusse auf die Ammoniakbildung ist.

J. Großfeld.

F. L. Dillingham: Ein Vorschlag zu einer Abänderung der Kober'schen Methode zur quantitativen Ammoniakbestimmung durch Überführen mittels eines Luftstroms. (Journ. Amer. Chem. Soc. 1914, **36**, 1310—1312.) — Verf. regt an, die von Kober vorgeschlagene Methode in der Weise abzuändern, daß man einerseits die Neutralisationswärme benutzt, um alles Ammoniak auszutreiben, andererseits zu dem gleichen Zweck unter dem Destillationskolben eine kleine Flamme anbringt. Nach Ansicht des Verf.'s gestatten diese Abänderungen, daß das Ammoniak in 1—1½ Stunden quantitativ aus dem Destillationskolben entfernt wird.

R. Strohecker.

Ruoss: Beiträge zur Fehling-Soxhlet'schen Zuckerbestimmung. (Zeitschr. analyt. Chem. 1916, **55**, 1—23.) — Bei der Soxhlet'schen Zuckerbestimmung soll die Zuckerlösung annähernd 1% Zucker, bei der erweiterten Methode von Pflüger 1—0,5% Zucker enthalten. Gegen die Soxhlet'sche Bestimmung ist einzuwenden, daß das Verhältnis: 50 ccm Fehling'sche Lösung werden reduziert

durch 237,5 mg Glykose, das genau nur für die 1 %ige Zuckerlösung gilt, auch auf Lösungen angewendet wird, die nur annähernd 1 %-ig sind. Gegen die Soxhlet'sche und gegen die Pflüger'sche Bestimmung ist einzuwenden, daß Zuckergehalte unter 0,5 % direkt nicht bestimmt werden können. Verf. weist durch Berechnungen mittels der Methode der kleinsten Quadrate nach, daß sich der gesetzmäßige Zusammenhang zwischen der Zahl der ccm Fehling'scher Lösung, die zur Titration verbraucht sind, und dem Zuckergehalt in der Gleichung ausdrücken läßt: $y = 0,0044243 + 0,95234 x - 0,0059338 x^2$, worin y die richtigen Zuckerprocente, x die zugehörigen Fehling'schen Procente (1 ccm Fehling'sche Lösung = 5 mg Glykose) bedeutet. Aus dieser Gleichung sind die Zahlen der nachstehenden Tabelle berechnet worden. Man rechnet auf die Zahlen der Tabelle um. Hat man z. B. mit 30 ccm Fehling'scher Lösung gearbeitet und waren 18,3 ccm Zuckerlösung zur Reduktion erforderlich, so ergibt die Tabelle 0,7813 % Zucker (Glykose). — Zur Titration stark gefärbter Zuckerlösungen, z. B. Zuckercouleur, empfiehlt Verf., das Filtrat nach Soxhlet in der Weise auf Kupferfreiheit zu prüfen, daß es mit einigen Tropfen Zuckerlösung gekocht wird. War noch Kupfer im Filtrat, so hat sich jetzt Kupferoxydul abgeschieden, das, auf ein Stückchen Filtrierpapier gewischt, dieses rot färbt. — Aus gewissen stickstoffhaltigen Zuckerlösungen (Harn) entstehen beim Kochen mit Fehling'scher Lösung Cuproverbindungen, die zum Teil in Wasser löslich sind. Man erhält in solchen Fällen weder ein kupferfreies Filtrat, noch ist der Farbumschlag der Fehling'schen Lösung deutlich erkennbar, die Farbe geht vielmehr allmählich in Grün, Gelb, Rot über. In solchen Fällen ist sowohl die gewichts- wie die maßanalytische Zuckerbestimmung ungenau, doch kann man die Abwesenheit von Cuprionen leicht und sicher feststellen, wenn man folgende Reagenzien verwendet: A. Kupfersulfatlösung und B. alkalische Seignettesalzlösung wie sonst, C. Verdünnte Essigsäure mit etwa 150 g Natriumchlorid im Liter, D. 30 g Rhodankalium in 100 ccm, E. Ferrocyankalium, etwa 10 g in 100 ccm. Sobald man den Endpunkt der Titration vermutet, gibt man etwa 5 ccm der heißen, titrierten Flüssigkeit in ein Reagensglas, ohne zu beachten, ob dabei Kupferoxydul mitgeht oder nicht, versetzt mit 5 ccm oder mehr der Lösung C und schwenkt gelinde um. In die jetzt klare Flüssigkeit bringt man 3 Tropfen D und schüttelt kräftig. Es entsteht ein rein weißer Niederschlag von Rhodankupfer. Nun gibt man einige Tropfen E hinzu und schüttelt wieder. War noch Kupfersulfat in der Lösung, so färbt sich der Niederschlag jetzt braunrot; war das Kupfer völlig reduziert, so bleibt der Niederschlag weiß. — Bei Bestimmungen von 0,01—0,1 %-igen Zuckerlösungen stimmen die Fehling'schen und die richtigen Zuckerprocente bis auf die Hundertstel überein. 50 ccm 0,01 %-iger Zuckerlösung entsprechen also 1 ccm Fehling'scher Lösung. Es ist aber nötig, außerdem mindestens 10 mg Natriumhydroxyd oder 10 mg Seignettesalz pro ccm Zuckerlösung zuzusetzen, um beim Kochen die Bildung von schwarzem Kupferoxyd zu verhüten. Verf. nimmt zu jeder Titration dieser Art 10 ccm Zuckerlösung. 10 ccm Zuckerlösung mit 0,1 % Zucker erfordern 1 ccm der Lösung A + 1 ccm der Lösung B + 2 ccm C + 3 Tropfen D + 3 Tropfen E. 10 ccm Zuckerlösung mit 0,09 % Zucker erfordern 0,9 ccm der Lösung A, sonst wie vorher, 10 ccm mit 0,08 % Zucker erfordern 0,8 ccm der Lösung A, sonst wie vorher usw. Die Mengen der Zuckerlösung und der Lösung A sind genau einzuhalten, die der übrigen Lösungen können beliebig größer genommen werden. — Die jodometrische Kupferbestimmung nach de Haën und Moser sowie die Verfahren der Zuckerbestimmung nach Bang und nach Pavy findet Verf. nicht empfehlenswert.

ccm Zucker- lösung, die auf 100 ccm Fehling'- scher Lösung erforderlich sind	Glykose		ccm Zucker- lösung, die auf 100 ccm Fehling'- scher Lösung erforderlich sind	Glykose		ccm Zucker- lösung, die auf 100 ccm Fehling'- scher Lösung erforderlich sind	Glykose	
	Fehling'- sche Prozente	Richtige Prozente		Fehling'- sche Lösung	Richtige Prozente		Fehling'- sche Prozente	Richtige Prozente
47,17	1,06	1,0072	67,57	0,74	0,7059	119,05	0,42	0,4034
47,61	1,0524	1,0000	68,49	0,73	0,6965	121,95	0,41	0,3939
47,62	1,05	0,9978	69,45	0,72	0,6870	125,00	0,40	0,3844
48,08	1,04	0,9884	70,42	0,71	0,6776			
48,54	1,03	0,9790	71,43	0,70	0,6682	128,21	0,39	0,3749
49,02	1,02	0,9696				131,58	0,38	0,3654
49,51	1,01	0,9602	72,46	0,69	0,6587	135,13	0,37	0,3560
50,00	1,00	0,9508	73,53	0,68	0,6493	138,89	0,36	0,3465
			74,63	0,67	0,6398	142,86	0,35	0,3370
50,50	0,99	0,9414	75,76	0,66	0,6304	147,06	0,34	0,3275
51,02	0,98	0,9320	76,92	0,65	0,6209	151,52	0,33	0,3180
51,55	0,97	0,9226	78,13	0,64	0,6115	156,25	0,32	0,3086
52,08	0,96	0,9132	79,36	0,63	0,6020	161,29	0,31	0,2991
52,63	0,95	0,9038	80,65	0,62	0,5926	166,67	0,30	0,2896
53,19	0,94	0,8944	81,97	0,61	0,5831			
53,76	0,93	0,8850	83,33	0,60	0,5737	172,41	0,29	0,2801
54,35	0,92	0,8756				178,57	0,28	0,2706
54,95	0,91	0,8661	84,75	0,59	0,5642	185,19	0,27	0,2611
55,56	0,90	0,8567	86,21	0,58	0,5548	192,31	0,26	0,2516
			87,72	0,57	0,5453	200,00	0,25	0,2421
56,18	0,89	0,8473	89,29	0,56	0,5359	208,34	0,24	0,2326
56,82	0,88	0,8379	90,91	0,55	0,5264	217,39	0,23	0,2231
57,47	0,87	0,8285	92,59	0,54	0,5170	227,28	0,22	0,2136
58,14	0,86	0,8190	94,34	0,53	0,5075	238,09	0,21	0,2042
58,82	0,85	0,8096	96,15	0,52	0,4980	250,00	0,20	0,1947
59,52	0,84	0,8002	98,04	0,51	0,4886			
60,24	0,83	0,7908	100,00	0,50	0,4791	263,16	0,19	0,1852
60,98	0,82	0,7813				277,78	0,18	0,1756
61,73	0,81	0,7719	102,04	0,49	0,4696	294,11	0,17	0,1661
62,50	0,80	0,7625	104,17	0,48	0,4602	312,50	0,16	0,1566
			106,38	0,47	0,4507	333,33	0,15	0,1471
63,29	0,79	0,7531	108,70	0,46	0,4412	357,14	0,14	0,1376
64,10	0,78	0,7436	111,11	0,45	0,4318	384,62	0,13	0,1281
64,94	0,77	0,7342	113,64	0,44	0,4223	416,67	0,12	0,1186
65,79	0,76	0,7248	116,28	0,43	0,4128	454,55	0,11	0,1091
66,67	0,75	0,7153				500,00	0,10	0,0995

Fr. Hühn.

L. Grimbert: Bestimmung des reduzierenden Zuckers nach dem Verfahren von Lehmann. (Journ. Pharm. Chim. 1913, [7] 7, 105—109.) — Das Lehmann'sche Verfahren zur Zuckerbestimmung, das in den bisherigen Ausführungsvorschlägen entweder zu umständlich oder ungenau ist, ändert Verf. in der Weise ab, daß er die nicht reduzierte Kupfermenge nicht direkt mit Jodkalium versetzt und titriert, sondern ihr einen Überschuß von Hyposulfitlösung bekannten Gehaltes gibt und diesen Überschuß mit Jodlösung unter Verwendung von Stärkelösung als Indicator zurücktitriert. Die Differenz aus der gesamten angewendeten Kupfermenge und der verbrauchten ergibt den Anhalt für die Menge des vorhandenen Zuckers. In Anlehnung an die Vorschriften von Bertrand gibt man in einen Erlenmeyer-Kolben 20 ccm Kupferlösung, 20 ccm Alkalilösung und soviel der zu untersuchenden Lösung, daß die Zuckermenge weniger als 100 mg beträgt, fügt destilliertes Wasser bis zum Volumen von 60 ccm hinzu, erhitzt zum Sieden und kocht 3 Minuten; hierauf führt man die Flüssigkeit in einen 200 ccm-Kolben über, spült mehrere Male

mit ausgekochtem Wasser nach, füllt nach fünfminütigem Abkühlen in kaltem Wasser zur Marke auf und filtriert durch ein trockenes Filter. 50 ccm des Filtrates werden mit 8 ccm Schwefelsäure (1 : 2), ungefähr 10 ccm Jodkaliumlösung (1 : 5) und 10 ccm $\frac{1}{10}$ N.-Hyposulfitlösung versetzt und mit $\frac{1}{10}$ N.-Jodlösung unter Verwendung von Stärke als Indicator zurücktitriert. In gleicher Weise wird der gesamte Kupfergehalt der angewendeten Kupferlösung bestimmt. Aus der Differenz ergibt sich die verbrauchte Kupfermenge und daraus nach den Bertrand'schen Tabellen die Zucker- menge. Zum Vergleiche wurde in reiner Glykose der Zuckergehalt polarimetrisch und auf geschilderte Weise mit gleichen Ergebnissen bestimmt. J. Großfeld.

E. Votocek und R. Potmesil: Über die quantitative Bestimmung von Phloroglucin und Resorcin mittels Furols. (Ber. Deutsch. Chem. Gesellsch. 1916, 49, 1185—1194.) — Die Fällung von Furol durch Phloroglucin in Gegenwart von Salzsäure läßt sich umgekehrt zur quantitativen Bestimmung von Phloroglucin und anderen Phenolen verwenden. Die Bedingungen wurden in eingehenden Untersuchungen festgestellt. Bei der Bestimmung des Phloroglucins in 12%iger Salzsäure (Gesamtmenge 100 ccm) wurde der durch Zufügen von Furol erhaltene grünschwarte Niederschlag nach 24 Stunden in einem Porzellan-Siebtiigel über Papier filtriert, mit Wasser bis zum Verschwinden der Chlorreaktion gewaschen und im Wasserstoff bei 102—105° zum gleichbleibenden Gewicht getrocknet. Zur vollständigen Fällung genügt die dreifache Menge, auf Phloroglucindihydrat gerechnet; bei 0,1 g Phloroglucindihydrat war das Verhältnis Kondensationsprodukt : Phloroglucindihydrat = 1,68 bis 1,70. Bei geringerer Phloroglucinkonzentration steigt die Ausbeute an Phloroglucid regelmäßig mit der in einem gegebenen Volumen der Flüssigkeit enthaltenen Menge des Phloroglucins (bei 0,001—0,05 g Phloroglucinhidrat in 100 ccm 12%iger Salzsäure ist das erwähnte Verhältnis 1,00 bis 1,66, in 50 ccm Flüssigkeit 0,90 bis 1,72). Die Verminderung der Salzsäure-Konzentration auf 9% hatte keinen bedeutenden Einfluß auf die Ausbeute, bei noch geringerer Salzsäure-Konzentration erhält man jedoch bedeutend niedrigere Zahlen, Erhöhung des Salzsäuregehaltes übt bei mittleren Konzentrationen des Phloroglucins nur einen verhältnismäßig geringen Einfluß aus. — Bei der Fällung von Resorcin mit der dreifachen Menge Furol in 100 ccm 12%iger Salzsäure erhält man bei Mengen von 0,1—0,4 g Resorcin für den Quotienten Produkt : Resorcin Werte von 2,070 bis 2,202. Wird 9%-ige Salzsäure angewendet, so sinkt der Quotient merklich (bei 0,1 g Resorcin = 2,03). Gegenwart von Phenol und Hydrochinon übt keinen praktisch nachteiligen Einfluß auf die Brauchbarkeit des Fällungsverfahrens für Phloroglucin und Resorcin aus; recht störend wirken dagegen größere Mengen von Brenzkatechin. Es dürfen auch keine anderen mit Furol leicht kondensierbaren Phenole (Kresole, Xylenole, Orcin, Pyrogallol, Diresorcin) zugegen sein. Phenolcarbonsäuren sind vorher mit Ammoniumcarbonat zu entfernen. Gerbstoffe, die sich mit dem Vanillin-Salzsäure-Reagens carminrot färben, dürfen ebenfalls nicht zugegen sein. G. Sonntag.

L. W. Winkler: Über die Darstellung wasserfreier Alkohole. (Zeitschr. angew. Chem. 1916, 29, 18.) — Um bei der vollkommenen Entwässerung des Alkohols mittels metallischen Calciums auch die käuflichen Calciumfeilspäne, die Calciumnitrid enthalten und somit einen ammoniakhaltigen Alkohol ergeben würden, verwenden zu können, verfährt man in der Weise, daß man zunächst die Hauptmenge des Nitrids durch Absieben entfernt und das so gewonnene Calciumpulver nach Entfernung der anhaftenden Petroleumspuren durch Kohlenstofftetrachlorid in Mengen von etwa 20 g für ein Liter Alkohol verwendet. Das wasserfreie Destillat wird sodann mit einigen Zentigramm Alizarin versetzt und soviel einer Lösung von 0,5 g getrockneter Weinsäure in 10 ccm absolutem Alkohol zugegeben, bis die Flüssigkeit rein-

gelb geworden ist; dann werden noch einige Tropfen Weinsäurelösung als Überschuß zugefügt und nun wird nochmals unter Abschluß der Luftfeuchtigkeit destilliert.

J. Großfeld.

Kerbosch: Die Zerstörung der organischen Substanzen durch Schwefelsäure und Salpetersäure. (Journ. Pharm. Chim. 1914, [7] 9, 158 bis 161.) — Zur Zerstörung der organischen Substanz mittels Schwefel- und Salpetersäure empfiehlt sich folgender Arbeitsgang: Die zu untersuchende Substanz gibt man in eine mit Tubus versehene Retorte aus Jenaer Glas von mindestens vierfacher Größe. Trockene Substanzen, wie Mehl u. dergl., sind vorher durch Mischen mit Wasser in Breiform zu bringen, um allzuheftige Reaktion zu vermeiden. Zu der Substanz fügt man zunächst soviel Kubikcentimeter der aus gleichen Volumen Schwefel- und Salpetersäure bestehenden Verbrennungssäure als die Substanz an Gramm Trockensubstanz enthält und mischt kräftig, worauf mitunter schon in der Kälte die Reaktion beginnt. Zur Ableitung der Dämpfe bringt man die Mündung der Retorte entweder in einen Abzug oder in einen als Rezipient dienenden Glasballon. Die auf ein mit Asbesteinlage versehenes Drahtnetz gebrachte Retorte beginnt man alsdann mit kleiner Flamme zu erwärmen, bis sich im Innern eine gleichmäßige Masse gebildet hat, wobei man Sorge trägt, daß durch Übersäumen keine Verluste entstehen. Hierauf fügt man in den Retortentubus einen abgesprengten Trichter und durch diesen einen mit Hahn versehenen Scheidetrichter, dessen untere Ausflußöffnung sich 5 mm vom Boden der Retorte befinden soll. Durch diese Vorrichtung läßt man tropfenweise soviel Salpetersäure fließen, bis bei weiterem Erhitzen keine Verkohlungen mehr eintritt. Die Schaumbildung läßt bald nach; schließlich entsteht eine gelbe Flüssigkeit, bedeckt mit einer hellen Fettschicht. Der Prozeß ist so lange fortzuführen, bis auch bei starkem Erhitzen keine Zersetzung mehr eintritt. Die Flüssigkeit beträgt dann meist nur mehr wenige Kubikcentimeter. Man kann sie in Wasser aufnehmen, zur Zerstörung der Nitrosulfosäure aufkochen und zur weiteren Untersuchung verwenden. Verf. benötigte an Säuren und Arbeitszeit für

Art der Substanz	Menge	Schwefel- u. Salpetersäure	Salpeter- säure	Arbeitsdauer
Milch	1 l	100 ccm	300 ccm	6 Stunden
Erbsen, trocken . .	100 g	100 „	150 „	6 „
Fleisch	250 g	100 „	350 „	5 „
Sardinen	50 g	50 „	240 „	3 „

J. Großfeld.

H. J. Hamburger: Eine einfache Methode zur quantitativen Bestimmung sehr geringer Kaliummengen. (Biochem. Zeitschr. 1916, 74, 414—415.) — Verf. teilt mit, daß das bei seinen Untersuchungen (*Z.* 1916, 32, 53) benutzte trichterförmige Röhrchen, dessen Capillarteil 0,04 ccm enthalten sollte, nicht richtig kalibriert war. Da sie alle mit Röhrchen ausgeführt wurden, denen derselbe Fehler anhaftete, bleibt die Richtigkeit der Schlußfolgerungen unberührt. Versuche mit richtig kalibrierten Röhrchen zeigten, daß ein Teil = 0,0004 ccm Kobaltgelb nicht mit 0,0001 g, sondern mit 0,000074059 g Kalium übereinstimmt. Es ist daher zu raten, die Teilung mittels Quecksilberauswägung zu kontrollieren.

G. Sonntag.

G. Bruhns: Oxalsäure mit Methylorange und mit Jodid-Jodat titrierbar. (Zeitschr. analyt. Chem. 1916, 55, 23—51.) — Reine krystallisierte Oxalsäure, $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 + 2\text{H}_2\text{O}$ mit weniger als 0,01% Asche, ist als Ursubstanz vielseitig verwendbar. Sie ist auf Verunreinigungen leicht zu prüfen. Besorgnis vor Verwitterung ist bei einigermaßen sorgfältiger Aufbewahrung nicht gerechtfertigt. Freies Alkali läßt sich mit Oxalsäure und Methylorange zwar nicht ohne weiteres titrieren

infolge der Eigenschaft der Oxalsäure, mit Alkalien saure und neutrale Salze zu bilden. Der Farbumschlag mit Methylorange wird aber sehr scharf, wenn man die genügende Menge Chlorcalcium hinzufügt, dies jedoch erst dann, wenn die Oxalsäure mit Alkali nahezu neutralisiert ist. Andernfalls wird überschüssige Oxalsäure in nicht unerheblicher Menge von dem Calciumoxalat mit niedergefallen. — Die Jodtitration der Säuren verdient weit ausgedehntere Anwendung, als sie bisher zu erfahren scheint. Es kommt bei ihr in erster Linie darauf an, daß Überschüsse von Jodat und namentlich von Jodid vorhanden sind, damit das in Freiheit gesetzte Jod gelöst bleibt. Andernfalls entstehen Nachbläunungen und Minderverbrauche. Davon, ob genügend Jodat vorhanden war, überzeugt man sich nach Beendigung der Titration durch Zusatz eines Tropfens verdünnter Salzsäure, der sofortige starke Jodausscheidung bewirken muß. Verf. titrierte folgendermaßen: 50 ccm 0,1 N.-Oxalsäure + 20 ccm 0,5 N.-Kaliumjodid + 6,5 ccm Kaliumjodat (3 g in 100 ccm) + 2 ccm Chlorcalciumlösung + entsprechende Menge etwa 0,1 N.-Thiosulfatlösung. Endanzeiger: Stärkelösung. Die Oxalsäure darf mit Chlorcalcium erst nach der Neutralisation gefällt werden. Vor dem Zusatz der Thiosulfatlösung wurde 10–20 Minuten gewartet. *Fr. Hühn.*

G. Bruhns: Messung der Oxalsäure mit Methylorange als Endanzeiger. (Zeitschr. analyt. Chem. 1916, 55, 321–340.) — Verf. gelangt auf Grund eingehender Versuche zu nachstehenden Schlußfolgerungen: 1. Die Bicarbonate der Erdalkalien einschließlich Magnesia lassen sich ohne weiteres mit Oxalsäure und Methylorange messen, wenn Alkalien nicht oder nur in ganz geringen Mengen zugegen sind. 2. Die Bestimmung der Alkalien, auch in Gegenwart von Borsäure oder Kohlensäure, mit Oxalsäure und Methylorange gelingt nicht nur bei Zusatz von Chlorcalcium, Chlorstrontium oder Chlorbarium, sondern auch mit Zinksulfat, Cadmiumsulfat, Mangansulfat, Silbernitrat, Bleinitrat; letzteres eignet sich auch zur Bestimmung der Citronensäure und Weinsäure mit Methylorange und Alkali. 3. Ammoniak läßt sich ebenfalls mit Oxalsäure und Methylorange, z. B. unter Zusatz von Chlorcalcium oder Chlorbarium, genau messen. 4. Bereitet man 0,1 N.-Ammoniak unter Zusatz krystallisierter Borsäure (35 g auf 1 l), so wird es dadurch sehr beständig und läßt sich ohne besondere Rücksicht auf schnelle Verdunstung gebrauchen. *P. Neumann.*

J. Großfeld: Feinporiges Filtrierpapier. (Pharm. Zentralhalle 1916, 57, 603–604 u. Zeitschr. angew. Chem. 1916, 29, I, 364.) — Das neue Filtrierpapier wird durch Einlagerung von gereinigter, sandfreier Kieselgur in die Papierporen hergestellt; hierdurch wirken die Poren der Kieselalgen selbst als äußerst feines Filter. Die allerfeinsten Niederschläge, wie kaltgefälltes Bariumsulfat oder Calciumoxalat, feinverteilte Kohle, Aufschwemmungen von Boden und Ton und ähnliche feinpulverige Stoffe, selbst solche, die bisher immer durchliefen, werden mit Sicherheit zurückgehalten. Dabei ist die Filtriergeschwindigkeit des Papiers nur unwesentlich verringert. Beim Versachen hinterbleibt naturgemäß ein erheblicher Rückstand an Mineralstoffen, die aus fast reiner Kieselsäure bestehen. Das feinporige Filtrierpapier bietet insbesondere auch bei nahrungsmittelchemischen Arbeiten überall dort Vorteile, wo es auf höchste Klarheit des Filtrates ankommt, so bei den Klärfiltrationen für die polarimetrischen Bestimmungen. Das Papier wird von Macherey, Nagel & Co. in Düren, Rheinland, hergestellt. *J. Großfeld.*

Milch und Käse.

H. M. Hoyberg: Zum Ursachverhältnis der Milchkatalase. (Zeitschr. Fleisch- u. Milchhyg. 1915, 26, 70–74, 85–88 u. 104–106.) — Um über diese für die praktische Milchkontrolle wichtige Frage klar zu werden, hat Verf. eine Reihe von