schüssiger Salzsäure bei etwa 200° derart zersetzt, dass sich quantitativ Ammoniumchlorid bildet. Der Stickstoff im Glykokoll wird bei dieser Temperatur erst durch 3—4 Stunden langes Erhitzen quantitativ abgespalten. Der zur Zersetzung der Substanz erforderliche Salzsäureüberschuss wird durch Erwärmen auf dem Wasserbad nicht vollständig beseitigt; man erreicht dies erst, wenn man noch 5 Minuten im Ofen auf 110° erwärmt, wobei keine messbaren Mengen Ammoniumchlorid verloren gehen. Das erhaltene Ammoniumchlorid kann dann titrimetrisch mit Silberlösung und Natriumchromat als Indikator bestimmt werden.

2. Qualitative und quantitative Analyse.

Eine neue Methode zur Bestimmung des Schmelzpunktes fester Fette gibt Romolo Romanelli¹⁾ an. An einem empfindlichen Thermometer wird neben der Mitte des Quecksilbergeäßes seitlich eine Öse von 8—9 mm Durchmesser aus dickem Platindraht befestigt. In diese Öse wird eine Scheibe des zu prüfenden Fettes gebracht, indem man diese in das geschmolzene, beinahe erstarrende Fett taucht und dann 1 Stunde liegen lässt. Man hängt das Thermometer in einen geräumigen, mit Wasser vollständig gefüllten Kolben, so dass die Fettscheibe sich in der Mitte befindet, und erwärmt langsam. In der Nähe des Schmelzpunktes wird die Fettscheibe klar durchsichtig und reisst plötzlich senkrecht durch. Dies ist der Schmelzpunkt des Fettes.

Über die Herstellung der Wijs'schen Jodlösung bringen Dr. Niegemann und Dr. Kayser, G. m. b. H., Cöln²⁾ eine Erwiderung auf eine Arbeit, in welcher H. Dubovitz³⁾ auf einen vermeintlichen Fehler in der Vorschrift für die Anfertigung dieser Lösung hinweist. Der Fehler soll darin bestehen, dass einstimmig für die Lösung zu viel Jodtrichlorid und zu wenig Jod vorgeschrieben werde. Berücksichtigt man jedoch, dass käufliches Jodtrichlorid stets Jodmonochlorid enthält, so erscheint es wohl erklärlich, dass in den Vorschriften die Verwendung einer grösseren, als die theoretisch erforderliche Menge Jodtrichlorid und eine entsprechend geringere Menge Jod vorgesehen ist. Nach Wijs⁴⁾ stellt man sie am besten dar, indem man 13 g Jod in einem Liter 95%iger Essigsäure löst, den Titer dieser Lösung bestimmt und langsam einen durch Waschen mit Wasser von Salzsäure befreiten Chlorstrom hindurchführt, bis der Titer verdoppelt ist. Es entsprechen alsdann 5 ccm dieser Lösung 10 ccm $\frac{n}{10}$ Thiosulfatlösung, während vor der Chlorierung dieselbe Menge nur 5 ccm $\frac{n}{10}$ Thiosulfatlösung verbraucht. Hieraus geht hervor, dass die Wijs'sche Originallösung eine $\frac{n}{5}$ Jodmonochloridlösung darstellt.

¹⁾ Giorn. Farm. Chim. **64**, 151 (1915); durch Chem. Zentrbl. **86**, I, 1141 (1915). — ²⁾ Chem. Ztg. **39**, 491 (1915); vergl. hierzu diese Ztschrft. **43**, 664 (1904). — ³⁾ Chem. Ztg. **38**, 1111 (1914). — ⁴⁾ Ber. Deutsch. Chem. Ges. **31**, 750 (1898).

Das wiedergewonnene Jod kann man noch feucht zur Herstellung neuer Wijs'scher Lösung verwenden, ohne dass sich Unstimmigkeiten bei der Ausführung der Jodzahlen ergeben. Die nach Wijs ausgeführten Jodzahlen geben gut übereinstimmende Werte, während bei der Anwendung der Hübl'schen Methode äusserst schlecht stimmende Zahlen erzielt werden.¹⁾

Die Bestimmung von Ameisen- und Essigsäure und die Trennung dieser Säuren in sehr verdünnten Lösungen hat Emil Heuser²⁾ bearbeitet. Er fand, dass, wenn man stark verdünnte Ameisensäure oder Essigsäure mit Phosphorsäure der Wasserdampfdestillation unterwirft, Phosphorsäure in das Destillat übergeht. Heuser kommt auf Grund seiner Versuche zu dem Ergebnis, dass das von F. Wenzel³⁾ angegebene Verfahren zur Bestimmung von Azetylgruppen in organischen Verbindungen auch mit Erfolg auf Ameisensäure und Essigsäure anwendbar ist. Statt die Destillation im Wasserstoffstrom vorzunehmen, kann man eine Waschflasche mit Natronlauge vorschalten, derart, dass die eingesogenen Luftbläschen zunächst den Weg durch die Natronlauge machen müssen, und so die Kohlensäure zurückgehalten wird. Die Verwendung von Natriumphosphat in Verbindung mit Phosphorsäure und das Eindampfen zur Trockene ist nicht notwendig.

Zweckmäßig destilliert man nach Zusatz von 50 *ccm* Wasser und 50 *ccm* Phosphorsäure (D. 1,2) unter vermindertem Druck (60 *mm*) und bei einer Temperatur von 50° C. zunächst so lange, bis der Inhalt des Kolbens an Flüssigkeit noch 50 *ccm* beträgt, lässt darauf durch den Tropftrichter 50 *ccm* Wasser zufließen und destilliert dann nochmals, bis der Inhalt des Kolbens wieder auf 50 *ccm* Flüssigkeit eingedampft ist.

Die Apparatur entspricht der von Wenzel vorgeschlagenen, nur bringt Heuser als Dampfwäscher einen erwärmten, mit Perlen gefüllten Rundkolben von 250 *ccm* Inhalt zur Anwendung und legt weiter die erwähnte Flasche mit Natronlauge vor.

Zur Trennung von Essigsäure und Ameisensäure kann man nach dem Verfahren von Macnair⁴⁾ die Ameisensäure durch viertelstündiges Kochen mit Kaliumbichromat und Schwefelsäure⁵⁾ am Rückflusskühler völlig zu Kohlenoxyd und Wasser oxydieren und die unverändert gebliebene Essigsäure nach der oben beschriebenen Methode abdestillieren.

Seifenanalyse. Eine vollständige Seifenanalyse beschreibt Octave Lecomte⁶⁾. Von der zu untersuchenden Seife werden 10 *g* mit Wasser zu 200 *ccm* gelöst.

1. Zur Wasserbestimmung dampft man 20 *ccm* auf dem Wasserbade ein und trocknet den Rückstand bei 110°. Das gefundene Gewicht sei *E g*, dann ist der Wassergehalt $W = 100 (1 - E) \%$.

¹⁾ Vergl. hierzu Collegium 1914, S. 605. — ²⁾ Chem. Ztg. 39, 57 (1915). — ³⁾ Vergl. diese Ztschrft. 37, 694 (1898). — ⁴⁾ Vergl. diese Ztschrft. 27, 398 (1888). — ⁵⁾ 12 *g* Kaliumbichromat, 30 *ccm* Schwefelsäure und 100 *ccm* Wasser. — ⁶⁾ Ann. falsific. 7, 28 (1914); durch Chem. Zentrbl. 85, I, 1023 (1914).