

zwischen 2,43 und 5,66 Molekülen schwankt und sich somit auch die Azidität der genau nach Vorschrift hergestellten Lösung in entsprechendem Maße ändern kann. Sie fanden, dass der Endpunkt wenig beeinflusst wird, wenn der Gehalt an Zitrat mit genau $5\frac{1}{2}$ Molekülen Kristallwasser von 10% unter, bis 21% über dem Äquivalent an freier HNO_3 variiert. Die Farbreaktion ist schärfer bei schnellem Zugeben des Jodids. Von AgJ eingeschlossenes Silbernitrat führt zum Verschwinden der Farbe. 10 ccm einer 1%igen Stärkelösung hält ersteres in Lösung und gibt scharfe Endpunkte. Der Fehler schwankt zwischen 0 und 1,66%.
Schleicher.

Über die Anpassung von Mohrs volumetrischer Methode zur allgemeinen Chlorbestimmung macht L. Yoder¹⁾ bemerkenswerte Vorschläge. Bekanntlich setzt diese Methode 1. Neutralität der Lösung, 2. Abwesenheit von Karbonaten und Phosphaten und 3. passende Chloridkonzentration voraus. Um diese Bedingungen leicht herbeizuführen und damit diese Methode zu einer allgemein und schnell anwendbaren, sie im Besondern zur Chlorbestimmung in organischen Stoffen zu gestalten, wird folgender Gang empfohlen: Der zu untersuchenden Probe werden 5 ccm einer 30%igen Kalziumazetatlösung und ausserdem eine ausreichende Menge destilliertes Wasser zugesetzt, um sie ganz zu durchfeuchten. Dann wird bei 120° zur Trockne verdampft und bei nicht mehr als 450° verbrannt. Der kalte Rückstand wird mit wenigen ccm einer 10%igen Eisenazetatlösung durchfeuchtet, wiederum zur Trockne verdampft und unter 450° geglüht. Der Rückstand wird mit heissem Wasser zerrieben, filtriert und frei von Chloriden gewaschen. Das Filtrat wird ganz oder fast ganz zur Trockne verdampft und mit so viel heissem Wasser aufgenommen, dass die Chloride in der kalten Lösung gelöst bleiben. Nach Zusatz von 2 oder 3 Tropfen Kaliumchromat wird mit $\frac{n}{20} \text{AgNO}_3$ titriert.

Hierbei fixiert das Kalziumazetat freies Chlor, schlägt Karbonate nieder und neutralisiert die Lösung zur Titration, das Eisenazetat schlägt Phosphat nieder, wird selbst in unlösliches Oxyd verwandelt und bei der Filtration zurückgehalten.

Zwei Versuche, bei denen das Material einmal 10 ccm $\frac{n}{10} \text{HCl}$ und 0,025 g KCl , das anderemal ausserdem 0,25 g Na_3PO_4 enthielt, gaben gute Resultate (Differenzen von — 0,3 und + 0,1 mg Cl gegen gravimetrisch bestimmtes Chlor).

In derselben Weise ausgeführte Chlorbestimmungen in Fäkalien, Mixed grain und Alfalfa-Heu gaben ebensolche guten Resultate, bezw. Differenzen.
Schleicher.

Eine quantitative Schnellmethode zur Bestimmung von Natriumhyposulfit, -karbonat und -chlorid besteht nach F. Martin²⁾ darin,

¹ Journ. Ind. Eng. Chem. 11, 755 (1919). — ² Journ. de Pharm. et de Chim. [7] 17 71 (1918); Chem. Zentrbl 89, 1, 866 (1918).

dass das Karbonat zuerst mit $\frac{n}{10}$ -H₂SO₄ und Phenolphthalein in der Kälte titriert, hierauf das Hyposulfit mit $\frac{n}{10}$ -Jodlösung und dann das NaCl mit AgNO₃ titriert wird. Vor letzterer Titration ist Zugabe von H₂O₂ in einer der gebildeten Tetrathionsäure entsprechenden Menge und ausserdem einiger Tropfen CuSO₄ und NH₃ erforderlich. Darauf wird angesäuert, mit CaCO₃ neutralisiert und mit Bichromat als Indikator titriert. Schleicher.

III. Chemische Analyse organischer Stoffe.

2. Qualitative und quantitative Analyse.

Für die Identifizierung von Alkohölen gibt E. Emmet Reid¹⁾ ein neues Verfahren an. Dieses beruht darauf, dass beim Erhitzen der Alkohole mit Phtalsäureanhydrid Monoester entstehen, die mit p-Nitrobenzylbromid charakteristische Ester liefern. Die Methode ist besonders für die Erkennung von Methylalkohol neben Äthylalkohol vorteilhaft verwendbar. Dobriner.

Unterscheidung von Methylalkohol und Alkohol absolutus oder Spiritus berichtet Th. Sabalitschka²⁾. Durch den Genuss eines angeblich aus «Alkohol absolutus» hergestellten Likörs war in einem Falle fast vollkommene Erblindung eingetreten. Die Prüfung des zur Likörbereitung benutzten Alkohols durch die Löslichkeit von kristallwasserhaltigem Kupfersulfat ergab, dass methylalkoholhaltiger Alkohol vorlag. Durch die Probe von Fendler und Mannich³⁾ wurde die Gegenwart von Methylalkohol bestätigt.

Über die sehr verschiedene Löslichkeit des wasserhaltigen Kupfersulfats in Carbinol und Äthanol wurden Versuche ausgeführt und die dabei beobachteten Färbungen in einer Tabelle zusammengestellt. Es wurde in der Weise gearbeitet, dass man 2 ccm des Alkohols 10 Minuten unter wiederholtem Umschütteln auf 0,1 g zerriebenes kristallwasserhaltiges Kupfersulfat einwirken lässt, die Flüssigkeit durch ein doppeltes Filter in ein kleines Reagensglas filtriert, und das Filtrat mit 5 ccm Wasser und 3 ccm 10%iger Ammoniaklösung versetzt. Länger als 10 Minuten zu schütteln ist zu vermeiden, da sonst die Wiederauscheidung des ursprünglich gelösten Kupfersulfats als farbloser Niederschlag zu befürchten ist. Aus den Versuchen ergab sich, dass die verschiedene Löslichkeit des Kupfersulfats nicht nur die Unterscheidung von reinem Methylalkohol, welcher eine dunkelblaue Färbung hervorruft, und absolutem Äthylalkohol, welcher, mit Kupfersulfat geschüttelt, kaum deutliche Färbung erkennen lässt, gestattet, sondern auch die Ermittlung von Methylalkohol in Gemischen mit absolutem Äthylalkohol, so lange der Methylalkoholgehalt nicht weniger als 20% beträgt. Ist der Gehalt

¹⁾ Journ. Americ. Chem. Soc. **39**, 1249 (1917); durch Chem. Zentrbl. **88**, II, 705 (1917). — ²⁾ Ber. Deutsch. Pharm. Ges. **29**, 214 (1919). — ³⁾ Vergl. diese Ztschrft. **48**, 310 (1909) und **50**, 593 (1911).