

Zur Bestimmung der Saccharose muss vorher mit Salzsäure invertirt und die Säure mit Natriumacetat abgestumpft werden. 1 Saccharose entspricht 1,33 Osazon.

Bei Gegenwart von Saccharose fallen die Osazonwerthe für Dextrose etwas zu hoch aus.

Zur Bestimmung und zum Nachweis des Thiophens im Benzol benutzt G. Denigès¹⁾ die Unlöslichkeit seiner Verbindung mit basischem Quecksilbersulfat $\text{Hg}_4\text{O}_2(\text{SO}_4)_2$, $\text{C}_4\text{H}_4\text{S}$.

Da dessen Moleculargewicht (1108) fast 13 mal so gross ist als das des Thiophens (84), so ist die Bestimmung eine sehr genaue.

Die bei der Analyse zu verwendende Quecksilbersulfatlösung wird erhalten durch Auflösen von 50 g Quecksilberoxyd in 200 cc concentrirter Schwefelsäure und Auffüllen auf 1000 cc.

Zur Ausführung der Bestimmung bringt man 20 cc der Quecksilbersulfatlösung und 2 cc des zu untersuchenden Benzols in Fläschchen von circa 60 cc Inhalt mit eingeschliflenem Glasstopfen.

Den Glasstopfen des Fläschchens verbindet man mit diesem fest mittelst eines Metallfadens und erhitzt unter häufigem Umschütteln eine Viertelstunde lang im kochenden Wasserbade. Man lässt erkalten, filtrirt durch ein gewogenes Filter, wäscht den Niederschlag mit heissem Wasser aus und trocknet bei $110-115^\circ$ bis zum constanten Gewicht. Das Gewicht der Quecksilberverbindung mit $\frac{84}{1108}$ multiplicirt, ergibt die Menge Thiophen in 2 cc Benzol.

Obwohl nach dieser Vorschrift genügend gute Resultate erhalten werden, so leidet doch die Bestimmung an dem Umstande, dass Benzol in Wasser sehr wenig löslich ist.

Der Verfasser hat nun gefunden, dass man durch Vermischen von 10 cc obiger Quecksilberlösung mit 30 cc acetonfreiem Methylalkohol eine Flüssigkeit erhält, die während einiger Stunden klar bleibt und im Stande ist, 4 cc Benzol zu lösen. Mit Hülfe dieses so dargestellten Reagens lassen sich selbst noch Spuren von Thiophen nachweisen. Bringt man zu 10 cc obigen Gemisches 1 cc Benzol, so entsteht beim Vorhandensein von 0,1 % Thiophen nach einigen Secunden eine Fällung; ein Gehalt von 0,001 % wird durch eine deutliche Trübung nach 4 bis 5 Minuten langer Einwirkung angezeigt.

¹⁾ Comptes rendus **120**, 781.

Mit Hilfe des so dargestellten Reagens lässt sich die Bestimmung des Thiophens auch in der Kälte ausführen, da die Ausfällung desselben in Form seiner Quecksilberverbindung in kurzer Zeit erfolgt. Während beim Arbeiten in wässriger Lösung die Quecksilberverbindung des Thiophens stets die oben angegebene Zusammensetzung hat, wie auch immer das relative Verhältniss zwischen Quecksilber und Thiophen ist, bildet sich bei Anwendung des methylalkoholischen Reagens eine Quecksilberverbindung nur dann, wenn das Quecksilber im Verhältniss zum Thiophen im Ueberschuss ist. Die hierbei entstehende Verbindung gleicht in ihren Eigenschaften der in wässriger Lösung erhaltenen, hat aber die Zusammensetzung $\text{Hg}_3\text{P}_2\text{SO}_4\text{C}_4\text{H}_4\text{S}$.

Unter diesen Bedingungen wird die Bestimmung des Thiophens wie folgt ausgeführt.

Man mischt 30 cc Methylalkohol und 2 cc Benzol; hierzu lässt man unter Umrühren 10 cc der wässrigen Quecksilberlösung rasch hinzufliessen. Nach circa 20 Minuten filtrirt man auf ein gewogenes Filter, wäscht mit heissem Wasser aus und trocknet. Das Gewicht der Quecksilberverbindung mit $\frac{84}{812}$ multiplicirt, ergibt die entsprechende Menge Thiophen.

Auf diese Weise werden eben so genaue Resultate erhalten, wie nach der zuerst angeführten Arbeitsweise.

Zu beobachten ist, dass man zum qualitativen Nachweis das Gemisch aus Methylalkohol und Quecksilberlösung kurz vor der Benutzung darzustellen hat. Bei längerem Stehen (5—6 Stunden) zersetzt sich die Mischung und wird für die Bestimmung unbrauchbar.

Für die Bestimmung des Anthracens ist jetzt allgemein das Anthrachinonverfahren der Firma Meister, Lucius und Brünig¹⁾ vom October 1876 acceptirt. H. Bassett²⁾ macht darauf aufmerksam, dass in dieser Vorschrift keine Angaben über die Reinheit der zu verwendenden Chromsäure gemacht sind. Nach den Untersuchungen des Verfassers ist der Gehalt der käuflichen Chromsäure sehr schwankend zwischen 71—87 %; insbesondere ist dieselbe häufig durch Schwefelsäure stark verunreinigt, der Gehalt an letzterer wurde zu 8—18 % gefunden.

Es ist deshalb um so wunderbarer, dass, trotzdem die wahrscheinlich verwandte Chromsäure im Gehalt und in Qualität sehr differirte, die

¹⁾ Diese Zeitschrift **16**, 61. (Vergl. auch diese Zeitschrift **12**, 347.)

²⁾ Chem. News **71**, 202.