

*b. Bestimmung näherer Bestandtheile.*

**Zur gewichtsanalytischen Zuckerbestimmung** mit Fehling'scher Lösung empfiehlt K. B. Lehmann<sup>1)</sup>, die Menge des zu Oxydul reducirten Kupfers in der Weise zu ermitteln, dass man in der von dem Niederschlag getrennten Lösung das noch vorhandene Kupfer nach de Haën<sup>2)</sup> titrirt.

Man kann das Kupferoxydul entweder direct abfiltriren und das Filtrat durch Auswaschen auf 250 cc bringen, oder auch die Flüssigkeit mit dem Niederschlag auf 250 cc bringen, absetzen lassen und einen aliquoten Theil abfiltriren, beziehungsweise klar abgiessen.

Es ist Lehmann offenbar nicht bekannt gewesen, dass dasselbe Princip auch schon von Politis<sup>3)</sup> angewandt worden ist.

K. Farnsteiner<sup>4)</sup> weist einige Einwände zurück, die Bremer<sup>5)</sup> gegen das vom Verfasser empfohlene Verfahren, das Kupferoxydul direct im Asbestfiltrerröhrchen in Kupferoxyd überzuführen<sup>6)</sup>, erhoben hatte, und führt neue Belegversuche für die Richtigkeit seiner Arbeitsweise an.

Bei dieser Gelegenheit theilt Farnsteiner und zwar unabhängig von Bruhns<sup>7)</sup> mit, dass man zur Reduction des Kupferoxyduls, respective Oxyds zu Kupfer sich zweckmässig anstatt des Wasserstoffs des Methylalkohols bedienen kann. Man lässt einen mässigen Strom getrockneter Kohlensäure durch Methylalkohol streichen und arbeitet im Uebrigen wie bei der Reduction im Wasserstoffstrome, nur dass stärkeres Erhitzen nothwendig ist. Nach beendeter Reduction schaltet man den Methylalkohol aus und lässt im Kohlensäurestrom erkalten. Man wendet für die Umschaltung des Stromes zweckmässig Zweiweghähne, respective Schläuche mit Quetschhähnen an.

**In Betreff der Untersuchung von Gerbmateriellen** hat eine im Jahre 1897 in London tagende Conferenz von Chemikern der Lederindustrie<sup>8)</sup> folgende Beschlüsse gefasst:

1) Archiv f. Hygiene **30**, 267.

2) Annalen d. Chemie u. Pharm. **91**, 237; R. Fresenius, Anleitung zur quantitativen chemischen Analyse, 6. Aufl. I, 335.

3) Vergl. diese Zeitschrift **30**, 64.

4) Forschungsberichte über Lebensmittel etc. **4**, 169.

5) Ebenda **4**, 110.

6) Vergl. diese Zeitschrift **36**, 50.

7) Vergl. diese Zeitschrift **37**, 254.

8) Der Gerber **23**, 257.

### I. Herstellung der Lösung.

»Die Stärke der Lösung soll so bemessen werden, dass 100 cc 0,6 bis 0,8 % festen Rückstand geben.«

»Flüssige Extracte sollen in der erforderlichen Menge in einem geschlossenen Gefässe abgewogen und mit etwa 500 cc kochenden Wassers in den Literkolben gespült werden, worauf mit kaltem Wasser aufgefüllt wird. Nach raschem Erkalten auf 15 bis 20° C. wird zur Marke aufgefüllt, gut gemischt und filtrirt.«

»Feste Extracte werden nach dem Abwägen in einem Becherglase mit kochendem Wasser unter Umrühren gelöst, nach dem Absetzen des etwa unlöslich Gebliebenen wird die Lösung in die Literflasche gegossen, frisches, kochendes Wasser aufgegeben u. s. w., bis alles Lösliche in den Kolben gebracht ist, worauf wie oben verfahren wird.«

»Gerbmaterialeien sollen in der zur Herstellung einer Lösung von der oben festgesetzten Stärke erforderlichen Menge abgewogen, zuerst mit etwa 500 cc nicht über 50° C. warmem Wasser ausgezogen und dann erst mit kochend heissem Wasser vollständig erschöpft werden. Sollte so mehr als 1 Liter Flüssigkeit erhalten werden, so können die schwächeren Antheile in mit einem Trichter bedeckten Kolben concentrirt werden. Nach Vereinigung aller Theile wird wie oben verfahren.«

»Zum Filtriren wird das Papier von Schleicher & Schüll, Nr. 602, empfohlen, doch sollen die zuerst ablaufenden 150 bis 200 cc nicht oder nur zur Bestimmung der Nichtgerbstoffe verwendet werden.«

### II. Bestimmung des löslichen Gesamt-Rückstandes.

»100 cc, oder bei genügend empfindlicher Wage auch weniger, von der klar filtrirten Gerbstoff-Lösung werden in einer gewogenen Schale aus Platin, Normalglas, Porzellan oder Nickel auf dem Wasserbade eindampft, sodann im Luftbad bei 100 bis 105° C. oder im Vacuum unter 100° bis zur Gewichtsconstanz getrocknet. Es ist darauf zu achten, dass nicht durch Abspringen kleiner Theile ein Verlust entsteht.«

### III. Bestimmung der Nichtgerbstoffe.

»Bis auf Weiteres wird die Methode des Hautfilters angewendet. Als Filter wird die Procter'sche Form desselben<sup>1)</sup> benutzt. Das Filter wird mit mindestens 5 g Hautpulver gefüllt, und das Filtrat so lange

---

<sup>1)</sup> Vergl. diese Zeitschrift 32. 622.

weggegossen, als es sich noch mit einer Gerbstofflösung trübt. 50 cc oder weniger der gerbstofffreien Lösung werden wie oben eingedampft und getrocknet. Selbstverständlich darf das zu verwendende Filtrat sich mit Leimlösung (auch durch Schütteln von Hautpulver mit Wasser herzustellen) nicht trüben.«

»Das Hautpulver muss für die Benützung im Filter genügend absorptionsfähig sein und darf bei einem mit destillirtem Wasser in derselben Weise wie mit der Gerbstofflösung ausgeführten blinden Versuche nicht mehr als 5 mg Rückstand aus 50 cc liefern.«

#### IV. Bestimmung des Wassergehaltes.

»Soll geschehen durch Trocknen eines kleinen Theils der Probe in derselben Weise, wie dies bei der Bestimmung des löslichen Gesamtrückstandes geschieht.«

#### V. Angabe der Resultate.

»Wird eine vollständige Analyse verlangt, so ist anzugeben:

1. Von Haut aufnehmbare, gerbende Substanzen. Erhalten durch Subtraction der gefundenen löslichen Nichtgerbstoffe von dem löslichen Gesamtrückstande.
2. Lösliche Nichtgerbstoffe. Gegeben durch den Rückstand im Filtrate vom Hautfilter.
3. Unlösliches. Erhalten durch Subtraction des löslichen Gesamtrückstandes von dem Gesamttrockenrückstande.
4. Wasser. Durch die Bestimmung sub. IV. gegeben.

Falls noch andere Bestimmungen gemacht und angegeben werden, so sind diese getrennt von den obigen anzuführen.«

#### VI. Ziffermässige Bestimmung der Farb-Intensität von Extracten.

»Es wird die bei den englischen Chemikern übliche Bestimmung mit Hülfe des Lovibond'schen Tintometers<sup>1)</sup> empfohlen, bei welcher die Resultate in Graden roth, gelb und schwarz anzugeben sind.«

Procter und Parker bedienen sich gelber, rother und blauer Glasscheiben, die mit demselben Farbstoffe verschieden stark gefärbt sind und mittelst welcher sich alle Farbtöne der Extractlösungen herstellen lassen. Diese Gläser sind von der Firma J. W. Lovibond, Salisbury erhältlich.

<sup>1)</sup> Vergl. diese Zeitschrift 28, 686.

F. Jean<sup>1)</sup> hebt hervor, dass wie dies auch Rau bereits angegeben hat<sup>2)</sup>, die Hammer'sche Methode und alle wie diese auf die Verwendung von Hautpulver gegründeten Verfahren insofern fehlerhaft sind, als durch Hautpulver auch Gallussäure (bis 50 %) absorbiert wird. Er empfiehlt deshalb die Behandlung mit Hautpulver zu ersetzen durch achtundvierzigstündige Maceration mit fein gehackter Kaninchenhaut, deren anatomisches Gefüge nicht zerstört ist. Es sollen so statt 42 % Gallussäure nur 27 % niedergeschlagen werden. Für Sumach und ähnliche Substanzen empfiehlt Jean als bestes Trennungsmittel zwischen Gerbstoff und Gallussäure Albumin. In einem Sumachmuster, das bei Anwendung von Hautpulver nur 2,396 % Gallussäure ergab, fand der Verfasser bei Fällung des Tannins mit Albumin 13,4 %. Bei Mischungen mit bekanntem Verhältniss von Tannin und Gallussäure betrug der Verlust an letzterer nur 2,2 %.

Als Ersatzmittel für Hautpulver bei der Gerbstoff-Analyse glaubt W. Schmitz-Dumont<sup>3)</sup> Formalingelatine empfehlen zu können. Dieselbe absorbiert rasch, insbesondere bei 40° C., die Gerbstoffe, und ist in Wasser fast vollkommen unlöslich. Wer die Schwierigkeiten kennt, ein Hautpulver zu erhalten, das obige Eigenschaften besitzt, wird es mit Freuden begrüßen, wenn die Angaben des Verfassers sich in der Praxis bewähren würden.

Nach vorläufigen Versuchen empfiehlt der Verfasser folgendes Verfahren zur Darstellung der Formalingelatine.

Dickes, wolliges, keine wasserlöslichen Substanzen enthaltendes Filtrirpapier wird mit heisser 10procentiger Gelatinelösung gründlich durchtränkt, auf Glasstäben horizontal gelagert, an der Luft getrocknet, hierauf 24 Stunden in 2procentiger Formalinlösung belassen und bei 95° getrocknet. Die Papierbogen zeigen nun eine hornige, an Celluloid erinnernde Beschaffenheit. In Streifen zerschnitten werden sie auf einer Glockenmühle (eine gewöhnliche Kaffeemühle genügt) gemahlen. Es resultirt ein wolliges Pulver, welches bei oberflächlicher Betrachtung für Hautpulver gehalten werden kann.

Dies Pulver wurde nochmals 24 Stunden mit 2procentiger Formalinlösung behandelt, gut von der Flüssigkeit abgepresst und bei 100° C. getrocknet, bis eine Probe von 50 g binnen 30 Minuten nicht mehr als

1) Ann. de Chim. analyt. [5] **3**, 145; durch The Analyst **23**, 245.

2) Vergl. diese Zeitschrift **30**, 369.

3) Zeitschrift f. öffentl. Chemie **3**, 209.

etwa 0,05 g an Gewicht verlor. Zur Entfernung von zurückgehaltenem Trioxymethylen wurde nunmehr das Präparat in einem Koch'schen Extractionsapparat<sup>1)</sup> mit heissem Wasser ausgezogen, bis 100 cc ablaufenden Wassers mit alkalischer Resorcinlösung keine Reaction auf Formaldehyd mehr gaben<sup>2)</sup>. Hierauf wurde gut abgepresst und auf dem Wasserbade getrocknet, bis das Pulver sich völlig trocken anfühlte.

---

#### IV. Specielle analytische Methoden.

##### 4. Auf gerichtliche Chemie bezügliche.

Von

**W. Fresenius** unter Mitwirkung von **A. Czapski**.

**Ueber die Methoden der gerichtlich-chemischen Ausmittlung von Alkaloiden in Leichentheilen** hat Anton Seyda<sup>3)</sup> eine umfassende Abhandlung veröffentlicht. Der Verfasser erläutert darin eingehend an vier Fällen aus seiner Praxis die von ihm angewandten Verfahren und knüpft daran eine Kritik der Arbeit Kippenberger's »Beiträge zur Reinisolirung etc. von Alkaloiden«<sup>4)</sup>.

Die sehr ausführliche Abhandlung erlaubt keinen Auszug, da es in den meisten Fällen wesentlich auf die Details ankommt. Wir verweisen deshalb auf das Original.

**Ueber den Nachweis des Morphins.** Zum Nachweis des Morphins in Leichentheilen empfiehlt Ed. Marquis<sup>5)</sup> folgendes Verfahren. Das Untersuchungsobject wird nach dem Anrühren mit Wasser und unter Zusatz von einigen Tropfen verdünnter Salzsäure etwa 5 Minuten auf dem Wasserbade erwärmt. Nun wird nach dem Abstumpfen der Säure mittelst Ammoniaks durch Flanell filtrirt, ausgewaschen, abgepresst und das Filtrat nebst Waschwasser bis fast zur Trockene verdampft. Der noch feuchte Rückstand wird mit absolutem Alkohol unter Zerreiben mehrmals ausgezogen, aus den filtrirten Auszügen der Alkohol verdunstet und der sich dabei ergebende Rückstand auf dem Wasserbade zweimal zur Trockne verdampft. Dieser wird nun wieder mit etwas Wasser

---

1) Vergl. diese Zeitschrift **30**, 268.

2) Diese Zeitschrift **36**, 518.

3) Zeitschrift f. öffentliche Chemie **4**, 699, 721 und 762.

4) Diese Zeitschrift **35**, 407.

5) Pharm. Zeitschrift f. Russland **35**, 549.