

Vergleichende Versuche nach der Romijn'schen Methode gaben genau übereinstimmende Zahlen.

Zur Bestimmung von Guanidin hat A. Vozárik ¹⁾ auf Grund der von Franz Emich ²⁾ zum qualitativen Nachweis des Guanidins angegebenen Reaktion ein Verfahren ausgearbeitet. Letzteres beruht auf der Fällbarkeit des Guanidins durch Pikrinsäure als pikrinsaures Guanidin. Die Ausführung geschieht in folgender Weise: In 1 Liter ammoniakhaltigem Wasser werden 8 g Guanidinsalz gelöst, wobei etwa vorhandenes Blei sich ausscheidet und nach zwei- bis dreistündigem Stehen durch Filtration entfernt werden kann. 25 cc dieser Lösung versetzt man tropfenweise mit 100 cc Ammonpikratlösung, welche man darstellt durch Auflösen von 8 g Ammonpikrat, 0,075 g Guanidinpikrat und 5 cc Ammoniak vom spezifischen Gewicht 0,91 in 1 Liter Wasser. Diese Lösung stellt eine mit Guanidinpikrat gesättigte dar. Nach 6 bis 12 Stunden hat sich das pikrinsaure Guanidin ausgeschieden, man filtriert durch einen Gooch-Tiegel, wäscht mit der Ammonpikratlösung nach, saugt gut ab, trocknet bei 110° und wägt. Da wegen der Löslichkeit des Guanidinpikrats in Wasser zum Auswaschen Ammonpikratlösung verwendet werden muss, und infolge dessen sowohl Niederschlag als auch Filter etwas pikrinsaures Ammon aus der Waschflüssigkeit aufnehmen, so ist eine kleine Korrektur nötig, welche der Verfasser durch besondere Versuche feststellte. Er fand, dass die Menge des aufgenommenen Ammonpikrats im Niederschlag 1% des letzteren, in der Asbestfüllung des Gooch-Tiegels 2,4 bis 2,6% des Asbestes beträgt.

Die Trennung von p- und m-Kresol führt Rud. Rütgers ³⁾ auf folgende, in erster Linie für fabrikatorische Zwecke bestimmte Weise aus: Das Kresolgemisch wird in der Wärme mit etwa dem zehnten Teil wasserfreier Oxalsäure versetzt; beim Abkühlen kristallisiert der Oxalsäureester des p-Kresols aus, welcher von der Flüssigkeit getrennt und mit Benzol gewaschen wird. Das m-Kresol wird nicht esterifiziert.

Der p-Oxalsäurekresylester, $C_6H_4(CH_3)O.CO_2COOH$, bildet farblose Kristalle, welche an der Luft beständig sind und in schönen Blättchen sublimieren. Er ist leicht löslich in Alkohol, Äther oder Eisessig, unlöslich in Benzol. Durch Wasser wird er leicht verseift

¹⁾ Zeitschrift f. angew. Chemie **15**, 670.

²⁾ Vergl. diese Zeitschrift **31**, 461.

³⁾ D. R. P. 137584; durch Journal of the chemical Society **83**, 479.

und spaltet sich beim Erhitzen mit Wasser unter Zusatz von Benzol oder beim Destillieren im Dampfstrom.

Im Schmelzröhrchen erhitzt, sintert der Ester bei 90° zusammen, wird durchscheinend bei 99° und schmilzt unter Gasentwicklung bei 185—186°.

Statt der wasserfreien Oxalsäure lassen sich auch die trockenen sauren Oxalate verwenden¹⁾. Bei 100° gehen diese in die normalen Oxalate über, wirken dann als wasserentziehende Agenzien, indem sie sich mit dem Wasser verbinden, welches sich durch die Reaktion zwischen p-Kresol und der frei gewordenen Oxalsäure bildet, und verhindern dadurch gleichzeitig die Verseifung des Oxalsäureesters. Die Anwendung eines Vakuums wird auf diese Weise entbehrlich. Das Gemisch des p-Oxalsäureesters mit dem wasserhaltigen neutralen Oxalat wird von der Lösung, welche das m-Kresol enthält, abfiltriert und im Dampfstrom destilliert, wobei nur das p-Kresol übergeht.

IV. Spezielle analytische Methoden.

1. Auf Lebensmittel, Gesundheitspflege, Handel, Industrie und Landwirtschaft bezügliche.

Von

L. Grünhut.

Stärkebestimmung. O. Lietz²⁾ verallgemeinert das von Mayrhofer³⁾ zur Untersuchung von Würsten angegebene Verfahren. Je nach dem Stärkegehalt bringt man 2 bis 10 g der Substanz in einen etwa 500 cc fassenden Kolben, fügt 75 cc 5prozentige alkoholische Kalilauge (aus 90prozentigem Alkohol bereitet) hinzu und erhitzt damit bei aufgesetztem Steigrohr 20 Minuten lang unter leichtem Sieden des Alkohols.

Bei zellulosearmen Substanzen filtriert man den etwas erkalteten Inhalt durch eine mit Asbest belegte Siebplatte mit Hilfe der Saugpumpe ab, wäscht mit heissem 70prozentigem Alkohol nach und bringt

¹⁾ D R. P. 141421; durch The Journal of the chemical Society **83**, 555.

²⁾ Ber. d. deutsch. pharm. Gesellsch. **12**, 153; durch Pharm. Centralhalle **44**, 26.

³⁾ Vergl. diese Zeitschrift **38**, 373.