

um Struktur und Farbe nicht zu zerstören. Bei vorliegendem Verfahren wird das Nikotin zuerst in bekannter Weise durch Alkalien aus seinen Verbindungen freigemacht. Darauf wird der Tabak unter Berücksichtigung seines Nikotingehaltes und des angestrebten Entnikotinierungsgrades eventuell bis zur Nikotinfreiheit kürzere oder längere Zeit ohne Wärmezufuhr in einem luftleeren Raum belassen.

**Franz Fritzsche & Co. in Hamburg:** Verfahren zur Aromatisierung von Tabak, Zigarren, Zigaretten u.s.w. D.R.P. 178 963 vom 15. Juni 1906. (Patentbl. 1907, 28, 460.) — Das Verfahren besteht darin, daß man rohen, fertigen und verarbeiteten Tabaken jeder Art Methyleugenol, Methylisoeugenol oder deren Homologe zusetzt. Beispielsweise wird 1 kg Tabak mit 1–2 g Methyleugenol, welches man vorher im gleichen Gewicht 70%-igem Alkohol oder mehr gelöst hatte, möglichst gleichmäßig bestäubt. Die homologen Äther werden angewendet, wo Variationen des Aromas erwünscht sind. Die mit den genannten Äthern versehenen Tabake, Zigarren, Zigaretten u.s.w. haben, ohne den Eindruck einer künstlichen Parfümierung zu machen, ein gehobenes, den Qualitätstabaken homogenes Aroma und rauchen sich leichter mit angenehmerem Aroma, verbessertem Brennen und daher auch mit weißerer Asche.

*A. Oelker.*

### Konservierungsmittel.

**Cecil H. Cribb und F. W. F. Arnaud:** Einfaches Verfahren zur annähernden Bestimmung von Borsäure. (Analyst 1906, 31, 147–150.) — Das Verfahren beruht auf der bekannten Farbenreaktion der Borsäure mit Curcuma; es beansprucht keine Genauigkeit, ist aber schnell und mit wenig Material ausführbar. Nach der Mitteilung von Cassal und Gerraus (Brit. Food. Journ. 1902, 210) erhöht ein Zusatz von Oxalsäure die Empfindlichkeit des Curcumapapiers. Von verschiedenen Stoffen, die Verff. durchprobierten, wird dieser Zweck am besten mit Weinsäure erreicht. Das empfindliche Papier wird in der Weise hergestellt, daß je zwei Gewichtsteile Curcuma und Weinsäure mit 100 Teilen heißen Alkohols (80°/o) bis zur vollständigen Lösung der letzteren digeriert werden, und mit dieser Flüssigkeit dickes Filtrierpapier getränkt und dann im Dunkeln zum Trocknen aufgehängt wird. Solches Papier gibt mit Borsäure eine kräftige Rosafärbung, die selbst noch in Verdünnungen von 2,5 zu 100 000 Teilen erkennbar ist. Das Papier soll möglichst frisch bereitet sein, hält sich aber im Dunkeln bis zu einem Monat reaktionskräftig. Bei Borax ist das Papier nicht brauchbar; ein Zusatz von 2%-iger Salzsäure zur prüfenden Substanz erhöht seine Empfindlichkeit. Das Papier muß beim Versuche langsam, unter 60° C, und am besten im Dunkeln getrocknet werden. Zur Untersuchung von Milch auf Borsäure nimmt man etwa 5 ccm oder noch weniger, mischt mit 1 ccm N.-Alkali, dampft ein und verascht. Zu der Asche, die nicht weiß zu sein braucht, gibt man 1 ccm N.-Säure und füllt mit 2%-iger Salzsäure zu 5, 10, 20 oder 30 ccm auf, je nach dem Ausfall der Vorprobe. Dann taucht man in diese Lösung einen 2 Zoll langen und 1/2 Zoll breiten Streifen von dem Weinsäure-Curcumapapier ein; wenn dieses nach dem Trocknen rosa erscheint, verdünnt man weiter, bis zu dem Punkte, wo keine Färbung mehr auftritt. Den Empfindlichkeitsgrad des Papiers kann man an einem Parallelversuche mit Milch, der eine bekannte Menge 1%-ige Borsäurelösung zugesetzt wurde, feststellen. Bei Butter und Rahm verfährt man ganz analog. Die Asche von 1 g Butter, die 0,5% Borsäure enthält, kann bis zum Verschwinden der Reaktion auf 1000 ccm, die von 1 g Rahm, welcher 0,25% Borsäure enthält, auf 500 ccm verdünnt werden. Wenn also eine Probe eine größere Verdünnung verträgt, so muß mehr als 0,5% bzw. 0,25% Borsäure vorhanden sein.

*C. A. Neufeld.*

**R. J. Manning und W. R. Lang:** Die Bestimmung der Borsäure allein und bei Gegenwart von Phosphorsäure. (Journ. Soc. Chem. Ind. 1906, 25, 397–398.) — Das Verfahren beruht auf der Trennung der Borsäure als Trimethylester und ihre gewichtsanalytische Bestimmung als Baryumsalz. Zur Prüfung des Verfahrens wurde etwa 1 g Borax vorsichtig mit 20–30 ccm konzentrierter

Schwefelsäure vermischt; hierzu wurden 350 ccm Methylalkohol gegeben, und aus einer Retorte  $1\frac{1}{2}$  Stunde lang bei  $65-70^{\circ}$  destilliert. Das Destillat wird mit einer konzentrierten Chlorbaryumlösung versetzt und mit  $\frac{1}{2}$  N.-Lauge und Phenolphthalein genau neutralisiert. Das ausgeschiedene Baryumborat wird durch ein tariertes Filter filtriert, mit Alkohol gewaschen und bei  $110^{\circ}$  getrocknet. — Zur volumetrischen Bestimmung wird das Destillat zu 1 Liter aufgefüllt. Ein aliquoter Teil wird mit  $\frac{1}{3}$  seines Volumens Glycerin versetzt und mit Natronlauge und Phenolphthalein titriert. — Zur direkten volumetrischen Bestimmung der Borsäure in Gegenwart von Phosphaten und Sulfaten versetzt man die Lösung mit  $\frac{1}{10}$  N.-Schwefelsäure, bis sie gegen Methylorange sauer reagiert, wobei freie Phosphor- und Borsäure frei gemacht werden. Jetzt gibt man  $\frac{1}{10}$  N.-Natronlauge hinzu, bis die Lösung gegen Methylorange neutralisiert ist, wodurch die Bildung von Mononatriumphosphat indiziert wird. Ein weiterer Zusatz von Natronlauge bis zur alkalischen Reaktion gegen Phenolphthalein zeigt die Bildung des Dinatriumphosphates an. Da die Borsäure in wässriger Lösung durch Alkali nicht auf einmal neutralisiert wird, setzt man jetzt Glycerin hinzu und titriert zu Ende. Das Verfahren gibt befriedigende Resultate; die Verff. wollen es zur Bestimmung von Borsäure in Nahrungsmitteln anwenden.

C. A. Neufeld.

**C. Reichard:** Eine neue Specialreaktion des borsäuren Natriums. (Pharm. Ztg. 1906, 51, 298.) — Verf. hat in dem  $\alpha$ -Nitroso- $\beta$ -Naphthol ein Reagens zum Nachweis von Borax gefunden, mit dem dieses Reagens eine hellgrüne Färbung gibt. Diese Reaktion tritt nur mit dem Borax ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ), nicht mit freier Borsäure oder anderen Boraten ein. Freie Säuren sowie Ammoniak dürfen nicht vorhanden sein. Zum Nachweis vermischt man die Substanz mit dem Reagens und versetzt mit kaltem Wasser.

J. Hasenbäumer.

**A. G. Woodman und H. P. Talbot:** Die Ätzprobe für kleine Mengen von Fluoriden. (Journ. Amer. Chem. Soc. 1906, 28, 1437—1443.) — Verff. fanden, daß die Ätzprobe zum qualitativen Nachweis kleiner Mengen von Fluoriden ungemein empfindlich und zuverlässig ist, wenn sie in richtiger Weise angestellt wird. Sie empfehlen folgendes Verfahren: 150 ccm der zu prüfenden Flüssigkeiten versetzt man mit 10 ccm Kaliumsulfat (33 g im Liter), erhitzt zum Sieden und setzt während des Siedens aus einer Bürette oder Pipette langsam 10 ccm einer 10 % igen Baryumacetatlösung zu. Nach kurzem Sieden läßt man den Niederschlag absitzen, wozu die Lösung am besten über Nacht steht. Die klare Flüssigkeit wird dann dekantiert, der Niederschlag aufs Filter gebracht, gewaschen und im Platintiegel gegläht. Währenddessen hat man eine kleine Platte von klarem Glase ohne Kratzer tüchtig gereinigt und auf einer Seite mit einem Überzug eines Gemisches von gleichen Teilen Paraffin und Carnaubawachs versehen; in diesen zeichnet man mit einem spitzen Instrument ein kleines Kreuzchen ein, ohne dabei jedoch das Glas zu ritzen; bei mehreren Proben wähle man immer Kreuzchen von der gleichen Größe. Auf der nicht überzogenen Seite merkt man die Lage und Größe des Kreuzes mit einem Diamant an. Der Niederschlag im Tiegel wird jetzt mit 2—3 ccm konzentrierter Schwefelsäure versetzt und am oberen Rande vorsichtig schnell mit einer kleinen Flamme erwärmt. Die Glasscheibe wird dann schnell auf den warmen Tiegel gedrückt, so daß das Kreuz in dessen Mitte zu liegen kommt. Der Tiegel wird dabei so fest in das Wachs eingedrückt, daß er nach dem Erkalten fest an der Platte sitzt. Man setzt hierauf den Tiegel in eine durchlochte Asbestplatte und sorgt für eine ständige Kühlung der Glasplatte, während der Tiegel am Boden mittels einer kleinen Flamme eine Stunde lang erhitzt wird. Darnach wird die Platte abgenommen, die Wachsschicht mit einem nicht ritzenenden Putzpulver entfernt und das Glas im reflektierten Licht auf Ätzung untersucht. Der Nachweis gilt nur als erbracht, wenn das Kreuz von beiden Seiten der Platte sichtbar ist. Als Kühlvorrichtung dient am besten ein Stückchen Glas-

rohr von der Weite des Tiegels, welches man mit Hilfe einer dünnen Kautschukplatte auf der Glasscheibe befestigt; das Glasrohr steht mit einem Kühler in Verbindung und ist mit ständig zu- und abfließendem Wasser angefüllt. Dieses Verfahren liefert überraschende Ergebnisse; so wurde eine deutliche Ätzung erhalten von 150 ccm einer Fluoridlösung 1 : 10 000 000, bei sorgfältiger Arbeit kann man sogar noch mit einer Lösung 1 : 50 000 000 eine erkennbare Reaktion erhalten, d. h. eine solche, die auf beiden Seiten ohne Anhauchen der Glasplatte sichtbar ist. Es ist notwendig, die letztere vor der Prüfung mit nicht ritzendem Putzpulver abzureiben, da Schwefelsäure allein schon einen Fleck gibt, der aber durch Putzpulver entfernt wird. Die Erhitzung wird zweckmäßig eine Stunde lang fortgesetzt. Die Empfindlichkeit der Ätzprobe steigt mit der Erhitzungstemperatur, eine Erscheinung, die man zur annähernden quantitativen Bestimmung des Fluorgehaltes verwenden kann, indem man vergleichende Versuche unter gleichen Bedingungen bei verschiedenen Temperaturen vornimmt.

*C. A. Neufeld.*

**G. Lebbin:** Ameisensäure als Konservierungsmittel. (Chem.-Ztg. 1906, **30**, 1009—1011.) — Vom Verf. mit Ameisensäure angestellte Konservierungsversuche an Fruchtsäften, Brot, Marmelade, frischen Früchten, Küchenpräparaten, Fleisch, sämtlich mit Schimmel oder Fäulnisstoffen geimpft, führen ihn zu folgenden Schlüssen (die einzelnen Versuchsergebnisse werden nicht mitgeteilt): Allzu geringe Konzentrationen konnten fast regelmäßig nach mehr oder weniger kurzer Zeit das Verderben nicht aufhalten. Es zeigte sich aber, daß ein Zusatz von 0,15% Ameisensäure (wasserfrei) regelmäßig ausreichte, alle damit versetzten Nahrungsmittel in guten Zustände zu erhalten. In zahlreichen Fällen war eine Zugabe von 0,10% genügend, die bei Zitronensaft und Kirschsafte unzureichend war. Aus den in Gemeinschaft mit Kallmann an Kaninchen angestellten Vergiftungsversuchen ergab sich, daß sich bei fortgesetztem Gebrauch und Verabreichung erheblicher Gaben mit der Zeit eine beträchtliche Schädigung der Nieren herausbildet, die jedoch durch Essigsäure ebenso hervorgerufen und deshalb nichts anderes als eine allgemeine Säurewirkung ist. Der 2 bis 4 Wochen lang fortgesetzte Genuß von täglich 0,5 g Ameisensäure in Limonade hat beim Verf. und 3 anderen Personen weder Beschwerden noch das Auftreten von Eiweiß im Harn verursacht.

*G. Sonntag.*

**G. Bonamartini:** Untersuchungen über die Trennung der Salicylsäure vom Saccharin in Nahrungsmitteln. (Rev. intern. falsific. 1906, **19**, 39—43.) — Verf. hat festgestellt, daß das von Freyer (Chem.-Ztg. 1896, **20**, 820) angegebene Verfahren der Salicylsäurebestimmung mittels Broms keine sicheren Ergebnisse liefern kann, weil dabei kein einheitliches Reaktionsprodukt entsteht, sondern Gemische von Tetra- und Tri- und unter Umständen von Mono- und Dibromsalicylsäure. Dagegen können diese in Wasser völlig unlöslichen Verbindungen dazu dienen, die Salicylsäure vom Saccharin zu trennen. Aus wässriger Lösung wird die Salicylsäure durch Brom im Überschuß ausgefällt, aus dem Filtrat das Brom durch Erwärmen vertrieben, mit Schwefelsäure angesäuert und das Saccharin mittels Äther-Petroläthers ausgeschüttelt. Um in Getränken oder anderen Nahrungsmitteln Saccharin neben Salicylsäure nachzuweisen, prüft man zunächst, ob die wässrigen Auszüge für sich allein mit Brom Fällungen geben. Ist dies der Fall, so werden sie nach dem Ansäuern mit dem Äthergemisch ausgeschüttelt, der Auszug wird zur Trockne gebracht, der Rückstand in Wasser gelöst, Brom zugesetzt und das Filtrat auf Saccharin geprüft. Enthalten die zu untersuchenden Flüssigkeiten ätherische Öle oder aromatische Stoffe, so können diese vorher durch Ausschütteln der alkalisch gemachten Auszüge mit dem Äthergemisch entfernt werden.

*G. Sonntag.*

**F. Ruß und B. Larsen:** Zur Kenntnis der quantitativen Bestimmung von Formaldehyd. (Mitteil. d. Technol. Gewerbe-Mus. Wien 1906, **16**, 85—89;

Chem. Zentrbl. 1906, II, 363.) — Nach dem jodometrischen Verfahren von Romijn und nach der Ammoniakmethode von Legler wurden mit wachsender Verdünnung steigende Werte erhalten, und zwar mit der Jodmethode höhere als mit der Ammoniakmethode; bei Konzentrationen über 0,8 % ist eine erhebliche Verschiedenheit der Ergebnisse nicht mehr wahrzunehmen. Auch bei der Orchard'schen Silbermethode fand ein Anwachsen der Aldehydwerte statt, jedoch in geringerem Masse. Bei der Vergleichung des jodometrischen und Ammoniakverfahrens mit der Sulfitmethode Lemme's an reinem Aldehyd fanden die Verff. die gefundenen Werte von der Konzentration unabhängig, nur muß bei der Sulfitmethode durch einen blinden Versuch ermittelt werden, wieviel ccm  $\frac{1}{10}$  N.-Salzsäure nötig sind, um die nicht gebundene Sulfitmenge in einer auf das gleiche Volumen wie die eigentliche Probe verdünnten Lösung zu neutralisieren; diese Menge ist abzuziehen. Zusätze von Methylalkohol oder Aceton, den hauptsächlichsten Verunreinigungen des Handelsaldehyds, lieferten nach der Jodmethode zu hohe Werte; mit steigender Verdünnung nahmen diese hohen Aldehydwerte jedoch wieder ab. Eine Erklärung für die auffallenden Ergebnisse bei Handelsaldehyd läßt sich also dadurch nicht geben. Zur Prüfung auf Reinheit empfiehlt es sich jedoch, auch einige Bestimmungen unter 0,5 % vorzunehmen.

G. Sonntag.

## Gebrauchsgegenstände.

### Papier und Gespinnstfasern.

**K. B. Lehmann:** Vergleichende Untersuchungen über die hygienischen und technischen Eigenschaften glatter weißer Leinwand und Baumwollgewebe. (Arch. Hyg. 1907, 60, 191—260.) — Die Flachsfaser besteht aus längeren, glatteren, sehr englumigen, die Baumwolle aus rauheren, kürzeren Fasern von etwas weiterem Lumen. Leinengewebe sind luftärmer (Luftgehalt 44 %) als Baumwollgewebe (54 %) und deshalb bei gleichem Volumen etwa 17 % schwerer. Leinengewebe sind starrer und wenig biegsam; sie behalten deshalb ihre Form viel besser als gleichdicke Baumwollgewebe. Entsprechend der größeren Starrheit bleiben appreturfreie Leinenkleider beim Tragen länger ansehnlich als Baumwollkleider. Um Baumwollstoffen gleiche Starrheit zu geben wie Leinengeweben ist eine erhebliche Appreturmenge notwendig, wodurch aber die Luftdurchlässigkeit in unerwünschter Weise vermindert wird. Die neuen weißen Leinen- und Baumwollstoffe sind meist appretiert, aber in sehr verschiedenem Maße. In den untersuchten Proben schwankt die „Appretur“ (Gewichtsverlust bei 16—24-stündigem Kochen) der Leinenstoffe zwischen 1,2—3 %, bei Baumwollstoffen zwischen 3,1—12,9 %. Die Entfernung der Appretur gelingt durch dreistündiges Kochen oder zweimaliges Waschen nur unvollständig; erst dreimaliges Waschen, oder sicherer 16—24-stündiges Kochen mit stündlich gewechseltem Wasser entfernt die Appretur annähernd vollständig. Das Eingehen der Leinenstoffe beim Kochen betrug 6,9 %, das der Baumwollstoffe 2,9 %, oder es verhielt sich das Eingehen von Leinwand zu Baumwolle wie 100 : 42. Bezüglich der Zerreißfestigkeit war das Verhältnis von Leinen zu Baumwolle wie 100 : 60 bei gleicher Stoffdicke. Durch Verschimmeln wird die Leinenfaser stärker angegriffen als die Baumwollfaser; das Verhältnis Leinen zu Baumwolle ist wie 100 : 80. Auch Chlorwasser und Natronlauge greifen Leinwand etwas stärker an als Baumwolle. Die Abnutzbarkeit der Leinwand verhält sich zu der der Baumwolle bei kurzer Beanspruchung wie 100 : 129, bei längerer Beanspruchung wie 100 : 213. Die Luftdurchlässigkeit der appreturfreien Leinenstoffe ist im Durchschnitt um 50 % größer als die der appreturfreien Baumwollstoffe; da die Baumwollgewebe viel stärker appretiert werden, so ist das Verhältnis der appreturhaltigen Stoffe oft noch ungünstiger. Durch Benetzung werden dicht gewebte Leinen- und Baumwollstoffe in annähernd gleicher Weise luftundurchlässig gemacht; sie werden erst bei einem Druck von 32—36 cm Wasser wieder luftdurchgängig. Die Wasser-