

käufer als solcher bezeichnet werden könne. Die Berufungsinstanz dagegen erklärte, daß, gleichviel bei welchem Eigehalt der Begriff Eier-Kognak zu recht bestehe, doch ein so minderwertiges Erzeugnis wie das vorliegende diese Bezeichnung in keiner Weise beanspruchen dürfe. Zudem sei in der erheblichen Gelbfärbung die Vortäuschung eines höheren Eigehaltes zu erblicken.

## Referate.

### Allgemeine analytische Methoden und Apparate.

**F. Vollrath:** Über eine Fehlerquelle bei der Fettbestimmung mittels Tetrachlorkohlenstoffs und deren Vermeidung. (Chem.-Ztg. 1907, **31**, 398.) — Die meisten Materialien, die behufs Fettbestimmung zur Extraktion gelangen sollen, haben einen mehr oder minder großen Feuchtigkeitsgehalt, der bald nach Beginn der Operation dadurch bemerkbar wird, daß einzelne Wassertropfen aus der Kühlröhre mit dem verdichteten Tetrachlorkohlenstoff auf das Extraktionsgut fallen, es benetzen und ein weiteres Eindringen des Lösungsmittels verhindern. Das Ergebnis dieser Bestimmung fällt dadurch zu niedrig aus, auch macht nach Beendigung der Extraktion das Austreiben des Lösungsmittels aus den Rückständen mehr Schwierigkeiten wie sonst. Verf. hat einen einfachen Wasserfang konstruiert, der zwischen Extraktionsgefäß und Kühlrohr eingeschaltet wird und sich gut bewährt hat. Das Trennungsgefäß ist ein kurzer Glaszylinder, der in eine Röhre ausgezogen ist. An der Verengung ist derselbe durch einen Boden geschlossen, in den eine Glasröhre eingeschmolzen ist, welche letztere in kurzer Krümmung seitlich nach oben führt und in der Nähe ihres Endes nach der Mitte des Gefäßes zu ein kleines abwärts gebogenes Röhrchen sendet. Durch dieses steigt der wieder kondensierte Tetrachlorkohlenstoff in dem Maße, wie er sich ansammelt in die Höhe und rieselt, wenn der Überlauf erreicht ist, durch Stämmröhre und Ansatz herunter in den Extraktor, während das mitkondensierte Wasser auf der Oberfläche schwimmt. Die Dämpfe zirkulieren unbehindert vom Extraktor zum Kühlrohr hin. Man tut gut, den Wasserfang nach jeder Extraktion zu entleeren. Die Fettbestimmungen werden in einem einfachen Extraktor mit seitlichem Dunstrohr ausgeführt. Derselbe ist unten offen nur die Papierhülse liegt lose darin, sodaß die Dämpfe sie umspülen können. An Beispielen zeigt Verf. die Vorteile seines Apparates. *A. Hasterlik.*

**John Marshall:** Notiz über eine Fehlerquelle beim Gebrauch eines gewissen Petroläthers als Extraktionsflüssigkeit. (Amer. Journ. Pharm. 1907, **79**, 315–317.) — Die aus einem käuflichen Petroleum aus dem Pennsylvaniagebiet durch sorgfältige Fraktionierung gewonnene Fraktion zwischen 20 und 50° hinterließ beim Verdunsten sofort nach der Destillation keinen Rückstand. Wurden von diesem Petroläther jedoch 200 ccm längere Zeit bei Zimmertemperatur in einem nur teilweise gefüllten, verstöpselten Kolben dem zerstreuten Sonnenlicht ausgesetzt, sodann bei Zimmertemperatur und hierauf über Schwefelsäure eingedunstet, so blieben 0,0072 g eines gelblichen, wachsähnlichen Rückstandes zurück, der beim Erhitzen auf 100° schnell schwarz wurde und darnach beim Erkalten eine feste Form annahm. Die Zusammensetzung des Rückstandes wurde nicht näher bestimmt; seine Entstehung beruht vielleicht auf Polymerisation. — Im Anschluß an diese Tatsache teilt der Verf. mit, daß er auch beim Eindampfen von Kahlbaum'schem „Äthyläther über Natrium destilliert“ einen festen Rückstand erhielt, der in 95<sup>0</sup>/<sub>10</sub>-igem Alkohol unlöslich, in absolutem Alkohol schwer und in Chloroform leicht löslich war.

*C. A. Neufeld.*

**E. A. Bogdanow:** Zur Frage über Fettproduktion aus Eiweiß (und zugleich über die Methodik der Fettbestimmung). (Journ. Landw. 1908, **56**, 53—87). — Die Versuche sind mit gekochtem Käsestoff und Fleischmehl bei Ferkeln ausgeführt. Die vollständige Extraktion des Fettes aus den Körperteilen erreichte Verf. in der Weise, daß er die rohe Substanz in Porzellanschalen in dünner Schicht bei etwa 97—100° im gewöhnlichen Trockenschrank lufttrocken machte, dann ein- oder zweimal zur Gewinnung der Hauptmenge des Fettes mit kaltem Äther übergießt, den Rückstand in der Mühle oder Reibschale zerkleinerte, einen Teil des erhaltenen Pulvers im Soxhlet-Apparate 2 Tage mit Äther und dann ebenfalls 2 Tage im Soxhlet-Apparat mit siedendem Alkohol extrahierte. Der nach dem Abdestillieren des Alkohols verbleibende Rückstand wurde in kaltem Äther gelöst und die Lösung mit dem direkt erhaltenen Ätherauszuge vereinigt. Die gesamte Ätherlösung wurde filtriert, abdestilliert und das erhaltene Rohfett auf den Gehalt an Fettsäuren nach der bei der Bestimmung der Hehner'schen Zahl angewendeten Methode untersucht. Der Extraktionsrückstand war fettfrei. Aus den Versuchen ergibt sich, daß zwar sehr eiweißreiche Futtermischungen, selbst wenn sie in großer Menge und mit guter Freßlust aufgenommen werden, die Tiere nur wenig fett machen, daß aber trotzdem eine geringe Fettbildung aus dem Eiweiß wahrscheinlich ist. *A. Scholl.*

**Chavassieu und Morel:** Über eine Farbenreaktion der reduzierenden Zucker, bewirkt durch *m*-Dinitrobenzol in alkalischer Lösung. (Compt. rend. 1906, **143**, 966—967.) — Das Reagens wird bereitet durch Auflösen von 1 g *m*-Dinitrobenzol in 100 ccm Alkohol und Zusetzen von 35 ccm einer 33<sup>0</sup>/<sub>0</sub>-igen Natronlauge; es besitzt schwach rötliche Färbung, herrührend von dem als Verunreinigung im *m*-Dinitrobenzol enthaltenen Dinitrothiophen, die aber nicht stört. 20 ccm 1<sup>0</sup>/<sub>0</sub>-iger wässriger Lösungen von Maltose, Laktose, Glykose, Galaktose, Arabinose geben mit 10 ccm des Reagens innerhalb 15 Minuten, gleiche Lösung von Fruktose innerhalb 2 oder 3 Minuten violette Färbung. Saccharose und Glykogen geben keine Reaktion. In 0,1<sup>0</sup>/<sub>0</sub>-iger Lösung liefern Maltose, Laktose, Dextrose, Galaktose und Arabinose erst nach 2½ Stunden, Fruktose in weniger als 10 Minuten Violettfärbung. Aldehyde, Ketone (nichtalkoholische) geben rote Färbung, die die Violettfärbung verdecken kann. Harnsäure gibt dieselbe Färbung wie die Zucker. Albumine, Albumosen, Aminosäuren, Harnstoff, Kreatin hindern die Reaktion nicht. *G. Sonntag.*

**A. Jolles:** Eine Methode zur quantitativen Bestimmung der Methylpentosen. (Liebig's Ann. 1907, **351**, 38—43.) — Verf. versuchte, die Titrationsmethode zur Pentosenbestimmung (*Z.* 1906, **12**, 231) auch für die Bestimmung der Methylpentosen zu verwenden. Hierbei zeigte sich, dass bei der für die Arabinose und Xylose vorgeschriebenen Methode die Methylpentose quantitativ in Methylfurfurol übergeführt wird. Das Verfahren ist daher genau dasselbe wie das für die Pentosen beschriebene; 1 ccm *N*-Bisulfidlösung entspricht 82 mg Methylpentose. — Zur Bestimmung von Pentosen und Methylpentosen nebeneinander wurde ein von Suleiman Bey (*Zeitschr. f. klin. Med.* 1900, **39**, 305) angegebenes Verfahren ausgearbeitet. Die Pentose wird quantitativ als Bariumverbindung durch Zusatz von kalt gesättigter Bariumhydroxydlösung und Alkohol im großen Überschuß bei 0° gefällt und durch Dekantieren mit kaltem Alkohol ausgewaschen. Die Bariumverbindung wird mit Salzsäure destilliert und das entstandene Furfurol titriert. Ferner wird eine gleiche Menge des Gemisches von Pentose und Methylpentose mit Salzsäure destilliert und das entstandene Furfurol und Methylfurfurol titriert. *G. Sonntag.*

**R. O. Herzog:** Zum chemischen Nachweis einiger physiologisch wichtiger Stoffe. (Liebig's Ann. 1907, **351**, 263—266.) — Der Nachweis von Milchsäure kann durch die Reaktion der  $\alpha$ -Oxysäuren mit sekundärer Alkoholgruppe

bei Behandlung der Silbersalze mit Jod im Sinne der Gleichung  $2\text{RCHOHCOOAg} + \text{J}_2 = \text{RCHOHCOOH} + \text{RCHO} + \text{CO}_2 + 2\text{AgJ}$  geführt werden. Bereits kleine Mengen können durch den entwickelten Acetaldehyd erkannt werden. Man leitet die Reaktionsprodukte in wenig Wasser und weist hierin den Aldehyd durch etwas Nitroprussidnatrium und Piperidin nach — blaue Färbung, die auf Zusatz von einem Tropfen Natronlauge violett, rot, gelb wird. — Die Erkennung von  $\alpha$ -Aminosäuren in einem Gemisch von Homologen gelingt, wenn die Chlorhydrate in der Kälte vorsichtig mit Silbernitrit in die  $\alpha$ -Oxysäure umgewandelt und deren Silbersalze mit Jod behandelt werden, wie beim Nachweis der Milchsäure. Man kann so Glykokoll und Alanin nebeneinander erkennen und von höheren Homologen unterscheiden. — Zur colorimetrischen Alkoholbestimmung bringt man 20 ccm einer Lösung von 1 g Kaliumpermanganat in 500 ccm konzentrierter Schwefelsäure, die eine schöne smaragdgrüne Färbung zeigt und einige Zeit haltbar ist, in einen Erlenmeyer-Kolben von 150 ccm Inhalt, läßt die Alkohollösung tropfenweise (jede Sekunde 1 Tropfen) zufließen. Dabei geht das Smaragdgrün der Lösung in Olivgrün, dann in Braun, schließlich in Rot über. Man unterbricht den Alkoholzusatz kurz vor dem Eintreten der Zwiebel-färbung; tritt sie nach 5 Minuten langem Stehen nicht ein, wohl aber in einer zweiten Probe, bei der man einen Tropfen mehr von der Alkohollösung zugesetzt hat, dann ist richtig titriert. 1:ccm Alkohollösung zeigt alsdann den Alkoholgehalt in Prozenten an. Die besten Ergebnisse werden zwischen 1 und 0,5% Alkohol erhalten; unterhalb 0,2% werden die Fehler zu groß.

G. Sonntag.

**Alfred C. Chapman und Percy Whitteridge:** Ein neues Verfahren zur Bestimmung der Weinsäure. (Analyst 1907, **32**, 163—166.) — Weinsäure ist vollständig ausfällbar durch Wismutsalze, das Wismuttartrat ist in verdünnter Essigsäure unlöslich und wird durch Kaliumpermanganat in schwefelsaurer Lösung vollständig oxydiert. Hierauf beruht folgendes Verfahren: Eine etwa 0,1 g Weinsteinsäure enthaltende Menge der zu untersuchenden Substanz wird abgewogen und in etwa 40 ccm Wasser gelöst. Die Lösung wird, je nach ihrer Reaktion, mit Kalilauge oder Essigsäure neutralisiert und fast zum Sieden erhitzt. Man gibt 15 ccm der Wismutlösung (30 g kryst. Wismutnitrat in 20 ccm Eisessig, mit Wasser auf 300 ccm verdünnt) hinzu und rührt einige Minuten kräftig um. Der Niederschlag wird abfiltriert, gut mit siedendem Wasser gewaschen und auf dem Filter in etwa 20 ccm heißer 10%-iger Schwefelsäure gelöst; das Filter wird mit 30 ccm derselben Säure nachgewaschen. Zum heißen Filtrat gibt man einen Überschuß von etwa 0,5 ccm 1%-iger Permanganatlösung und titriert mit Oxalsäurelösung (19,9 g reine kryst. Oxalsäure in 1 l) zurück. Bei Verwendung von 1%-iger Permanganatlösung entsprechen 14 ccm dieser Lösung 0,1 g Weinsäure. Zur vollständigen Ausfällung gibt man zweckmäßig 1½-mal so viel von dem Wismutreagens zu, als notwendig ist. Da der Niederschlag in Salpetersäure leicht löslich ist, darf solche in freiem Zustande nicht zugegen sein. Das Verfahren scheint befriedigende Resultate zu geben. Oxalsäure und Äpfelsäure stören, da sie mit ausgefällt werden, Bernsteinsäure dagegen nicht, weil sie zwar teilweise ausgefällt, ihr Niederschlag aber nicht durch Permanganat oxydiert wird. Zur Bestimmung der Weinsäure im Wein ist das Verfahren nicht brauchbar, weil Gerbsäure und andere Stoffe durch die Wismutlösung mitgefällt werden. Saccharose, Glykose und Fruktose sind dagegen ohne Einfluß.

C. A. Newfeld.

**J. v. Ferentzy:** Bestimmung der Weinsäure neben der Äpfelsäure und Bernsteinsäure. (Chem.-Zeitg. 1907, **31**, 1118.) — Nachdem Verfasser gefunden hatte, daß ein basisches Magnesiumsalz der Weinsäure, das auf ein Molekül Weinsäure zwei Moleküle Magnesiumoxyd (MgO) enthält, in einem Gemisch gleicher Teile Alkohol und Wasser vollkommen unlöslich ist, arbeitete er nachstehendes Ver-

fahren zur Bestimmung der Weinsäure neben Äpfelsäure und Bernsteinsäure aus: Die Lösung der drei Säuren wird auf ein kleines Volumen eingedampft und mit soviel Alkohol versetzt, daß die Flüssigkeit 50% Alkohol enthält. Dann setzt man Magnesiamischung in ausreichender Menge und 10 ccm Ammoniak hinzu und bringt den Alkoholgehalt wieder auf 50%. Nach 12 Stunden wird der Niederschlag abfiltriert, mit 50%-igem Alkohol ausgewaschen, getrocknet, gegläht und das so erhaltene Magnesiumoxyd gewogen, aus dessen Gewicht man durch Multiplizieren mit 1,875 das Gewicht der Weinsäure erhält.

G. Sonntag.

**Mestrezat:** Oxydation der Wein- und Äpfelsäure; ihre Bestimmung mit Kaliumpermanganat. (Annal. chim. analyt. 1907, **12**, 173—178.) — Verf. hat zwei Verfahren zur Oxydation von Äpfel- und Weinsäure ausgearbeitet. Verfahren I in saurer Lösung ist folgendes: 10—15 cg der betreffenden Säure (nicht mehr!) werden mit 10 ccm verdünnter Schwefelsäure (1:5 Vol.) und etwa 50 ccm destilliertem Wasser versetzt. Man erwärmt bis zum Sieden, nimmt dann die Flamme weg und läßt unter Umschütteln nach und nach  $\frac{1}{5}$  N.-Permanganatlösung aus einer Bürette zufließen. Anfangs wird die Permanganatlösung sehr schnell entfärbt, bis gegen Ende der Reaktion die Entfärbung viel langsamer unter Bildung eines braunen Niederschlages von Manganoxyden vor sich geht. Man sorgt durch Erwärmen dafür, daß die Temperatur ungefähr auf 95° bleibt und fährt mit dem Permanganatzusatz fort, bis die braunen Flocken sich zusammenballen und in der klaren violett gefärbten Flüssigkeit nach oben aufsteigen. Dann gibt man noch etwa 0,5 ccm zu, während man erwärmt, läßt endlich 20 ccm (oder mehr)  $\frac{1}{2}$  N.-Oxalsäure zufließen, die die Oxyde löst, und titriert den Überschuß der Oxalsäure mit  $\frac{1}{5}$  N.-Permanganat zurück. 1 Liter  $\frac{1}{5}$  N.-Kaliumpermanganatlösung entspricht 4,37 g Weinsäure und 3,042 g Äpfelsäure. Die Zersetzung erfolgt nach den Gleichungen:  $C_4H_6O_6 + 3O = 2HCOOH + 2CO_2 + H_2O$  und  $C_4H_6O_5 + 4O = 2HCOOH + 2CO_2 + H_2O$ . Verfahren II. In alkalischer Lösung wird auch die Ameisensäure vollkommen zu Kohlensäure zersetzt. Das Verfahren gestaltet sich dann folgendermaßen: Man verfährt zuerst genau wie bei dem ersten Verfahren und hört mit dem Permanganatzusatz auf, sobald die Lösung kräftig violett gefärbt ist. Dann giebt man trockenes, reines Natriumcarbonat zu und bringt die Lösung zum Sieden, giebt wieder bis zur deutlichen Violettfärbung Permanganat zu, macht mit 10 ccm verdünnter Schwefelsäure wieder sauer, bringt die Manganoxyde durch eine bestimmte Menge  $\frac{1}{2}$  N.-Oxalsäure in Lösung und titriert deren Überschuß mit Permanganat wieder zurück. Die Versuche mit diesem Verfahren ergaben, daß 1 l  $\frac{1}{5}$  N.-Kaliumpermanganatlösung 3,06 g Weinsäure und 5,35 g Äpfelsäure entspricht. Diese Zahlen stimmen nicht genau mit der Theorie, was daher rührt, daß bei der Oxydation etwas Acetaldehyd entsteht, der sich z. T. unoxydiert in der Wärme verflüchtigt.

J. Tillmans.

**H. Cormimboeuf:** Über die Bestimmung von Gerbsäure mit Jod. (Annal. chim. analyt. 1907, **12**, 395—397.) — F. Jean hat in der Revue industrielle (1900, S. 36) eine Gerbsäurebestimmungsmethode veröffentlicht, die auf der Absorption von Jod auf Gerbsäure beruht. Nach Boudet, der das Verfahren ebenfalls in einer Veröffentlichung empfiehlt, soll sich 1 g Jod mit 1,137 g trockenem, reinem Tannin vereinigen. Verf. erklärt, daß das Verfahren zu irrigen Ergebnissen führen müsse. Seine Versuche ergaben nämlich, dass die Jodabsorption der Zeit der Einwirkung proportional anwächst und immer größer wird, je länger die Einwirkung dauert.

J. Tillmans.

**Ferdinand Jean:** Zur Gerbsäuretitration mit Jodlösung; Erwidern auf die Notiz von Cormimboeuf. (Annal. chim. analyt. 1907, **12**, 426—427.) — Verf. verteidigt sein Verfahren gegen die ungünstige Kritik Cormim-

boeuf's (vergl. vorstehendes Referat). Cormimboeuf habe die Methode ungenau angegeben und vor allem die vorgeschriebene Arbeitsweise, die zur Vermeidung von Nebenreaktionen eingehalten werden müsse, mit keinem Wort erwähnt. Ferner habe er unterlassen, die Verwendung der kaltgesättigten Natriumbicarbonatlösung anzugeben, deren Verwendung eine wesentliche Bedingung für die Bildung der jodotannin- oder jodogallussaurigen Verbindungen sei, die für Verf's. Verfahren charakteristisch seien. In der ungünstigen Beurteilung des Boudet'schen Verfahrens stimmt er mit Cormimboeuf überein.

*J. Tillmans.*

**R. Adan:** Über die Bestimmung der Nitrate durch das Verfahren von Busch. (Bull. Soc. Chim. Belg. 1907, **21**, 229—233.) — Busch hat im Diphenylendanioldihydrotriazol, eine Base, die er „Nitron“ nennt, entdeckt, deren Nitrat  $C_{20}H_{16}N_4 \cdot HNO_3$  sehr charakteristisch und fast unlöslich in Wasser ist. Auf dieser Eigenschaft des Nitrons, ein unlösliches Nitrat zu bilden, hat Busch ein gewichtsanalytisches Verfahren zur Bestimmung der Salpetersäure aufgebaut. (Z. 1905, **9**, 464). Bei einer Anzahl von Trinkwässern hat Verf. Parallelbestimmungen mit dem Verfahren von Busch und einem colorimetrischen ausgeführt. Die Zahlen zeigen gute Übereinstimmung. Weitere Versuche ergaben, daß die Methode bei Gegenwart von salpetriger Säure falsche Werte liefert. Man muß sich also vorher von der Abwesenheit dieses Körpers überzeugen. Verf. beabsichtigt, zu versuchen, ob nicht beim Vorhandensein von Nitriten diese in Nitrate übergeführt, und dann die Gesamt-Nitrate ermittelt werden können. Ein großes Hindernis für die allgemeine Anwendung des Verfahrens liegt aber in dem beträchtlichen Preise des Nitrons.

*J. Tillmans.*

**H. Leffmann:** Bemerkungen zu einigen neu vorgeschlagenen Reagenzien. (Journ. Franklin Inst. 1906, **162**, 371—374; Chem. Zentralbl. 1907, I, 372.) — Fällung der Salpetersäure mit Nitron (Z. 1906, **11**, 55). Chloride, Carbonate und Sulfate stören die Reaktion nicht, wohl aber Bromide, Jodide, Chlorate, Perchlorate, Ferrocyanide, Ferricyanide und Sulfoeyanate. — Bestimmung von Sulfaten. Eine volumetrische Bestimmung von Sulfaten gründet sich auf die Unlöslichkeit des Benzidinsulfats und die alkalimetrische Bestimmung des Benzidinchlorhydrats. Man löst 40 g des Chlorhydrats in 500 ccm Wasser und etwas Salzsäure, füllt auf 1 l auf und bestimmt den Titer gegen Natron- oder Barytlauge. Die zu untersuchende neutrale Lösung wird in einem 250 ccm-Gefäß auf 150 ccm verdünnt, auf dem Wasserbade erhitzt und mit einer überschüssigen Menge der Benzidinlösung gefällt. Nach dem Abkühlen wird bis zur Marke aufgefüllt, umgeschüttelt, filtriert und ein aliquoter Teil des Filtrats titriert. Die Differenz der jetzt verbrauchten Menge Alkali und der zur Neutralisation der verwendeten Benzidinlösung erforderlichen ist der gefällten Schwefelsäure äquivalent. — Nachweis von Ammoniumverbindungen. Das bequeme Verfahren (Z. 1906, **11**, 418.) wird für klinische und sanitäre Untersuchungen wertvoll werden. — Fällungsmittel für Kalium (nach Alvarez: Compt. rend. 1905, **140**, 1186). Das amino- $\beta$ -naphtholsulfosaure Kalium ist wie das Fällungsmittel (das Natriumsalz) wenig beständig. — Probe auf Saccharose in Milchzucker (Z. 1907, **13**, 571).

*G. Sonntag.*

**Hans Aron:** Eine einfache Methode zur Bestimmung des Calciums in organischen Substanzen. (Biochem. Zeitschrift 1907, **4**, 278—270. — Die Methode beruht darauf, daß man die organische Substanz in dem frischen oder getrockneten Untersuchungsmaterial in bekannter Weise mit Salpetersäure-Schwefelsäure zerstört, das Calcium, das man als Sulfat in der Lösung hat, als solches durch Alkohol abscheidet (Zeitschr. physiol. Chem. **37**, 115) und bestimmt. Voraussetzung für die Anwendbarkeit der Methode ist, daß kein Barium und kein Strontium in der Substanz vor-

handen ist, da diese mitfallen würden und nach bekannten Verfahren vom Calcium getrennt werden müßten. Kieselsäure muß, wenn sie vorhanden ist, vor dem Fällen mit Alkohol abgeschieden werden.

*Max Müller.*

**Friedrich Goppelsroeder:** Neue Kapillar- und kapillaranalytische Untersuchungen. (Verhandlungen der Naturforschenden Gesellschaft zu Basel 1907, **19**, Heft 2, Sonderabdruck S. 1—7.) — Die Filtrierpapiere des Handels verhalten sich bei den Kapillarversuchen sehr verschieden, die größte Steighöhe erzielte Verf. nicht mit aschenfreiem schwedischem Filtrierpapier, sondern mit der Sorte 598 von Schleicher und Schüll. Zum Schutze vor Luftbewegung, Staub etc. werden die Streifen unter Glaskästen oder Glasglocken entweder offen oder zwischen zwei Glaslinealen, von denen das eine zur direkten Ablesung der Steighöhe eine Millimeterskala tragen kann, aufgehängt. Die Streifen müssen in senkrechter Lage hängen, da die Steighöhe bezw. die Länge des durchtränkten Streifens bei einer Neigung erheblich vergrößert wird. Wenn die Streifen zwischen Glaslinealen liegen, so ist die Steighöhe auch von dem Druck abhängig, mit welchem die Lineale gegeneinander gepreßt werden. Bei offen hängenden Streifen ist die Steighöhe niedriger als bei zwischen Glaslinealen eingeschlossenen. Die Glaslineale dürfen nicht in die Flüssigkeit eintauchen, vielmehr muß der Papierstreifen etwa 4—6 cm vorstehen, so daß zwischen der Eintauchgrenze und den Glaslinealen der Streifen auf eine Länge von etwa 1 cm frei in der Luft hängt. Die Eintauchzone soll etwa 3—5 cm betragen, eine Verkürzung derselben auf  $\frac{1}{2}$  cm beeinflusst das Ergebnis merklich. In feuchten Fasern ist die Steighöhe größer als in trockenen. Bei vergleichenden Versuchen mit Pergamentpapier, Wolle, Seide, Leinen, Baumwolle und Filtrierpapier war der Unterschied am geringsten bei Pergamentpapier, am größten bei Wolle. In verdünnter Luft erhält man größere Steighöhen als bei gewöhnlichem Luftdruck. Eine vorbereitende Behandlung des Aufsaugematerials (Beizen oder dergl.) kann die Steighöhe beträchtlich vergrößern. Hat die erste Kapillaroperation nicht genügend scharfe Trennung der verschiedenen gelösten Körper ergeben, so kann man die Mischzonen mit Lösungsmitteln, wenn nötig nacheinander mit verschiedenen, ausziehen und die erhaltenen Auszüge wiederholt der Kapillarprüfung unterziehen, bis die vollständige Trennung der Mischungsbestandteile erreicht ist.

*A. Scholl.*

**Friedrich Goppelsroeder:** Kapillarversuche mit wässrigen Lösungen anorganischer Salze. (Verhandlungen der Naturforschenden Gesellschaft zu Basel 1907, **19**, Heft 2, Sonderabdruck S. 48—52.) — Bei der Kapillarwanderung anorganischer Salze, nämlich der Sulfate von Kalium, Magnesium, Kupfer, Nickel, Natrium sowie von Jodkalium findet eine Zerlegung der Salze nicht statt. Eine Ausnahme bilden die Salze des Ammoniaks und der organischen Ammoniakbasen, da in diesen Fällen eine Violett- bis Rotfärbung mit Lackmuspapier erhalten wurde. Mit Ausnahme des Jodkaliums erniedrigten die genannten Salze in der Konzentration von  $\frac{1}{10}$  Molekulargewicht in 1 l die Steighöhe der Lösung gegenüber Wasser um rund 17% im Mittel. Die Minutensteighöhen sind bei den einzelnen Salzen anfänglich etwas verschieden, später aber untereinander fast gleich und erheblich geringer als die anfänglichen Minutensteighöhen. Sie betragen von der 300. Minute an ungefähr 0,1 bis 0,3 mm.

*A. Scholl.*

**Herbert Hardy und Bernard E. Richens:** Mitteilung über fraktionierte Wasserdampfdestillation (Analyst 1907, **32**, 197—202). — Die Verf. haben versucht, ob Mischungen wasserdampflichtiger Substanzen durch fraktionierte Wasserdampfdestillation getrennt werden können. Zu den Versuchen dienten Gemische von Limonen und Citral, Limonen und Eugenol, Cineol und Citral, Chloroform und Tetrachlorkohlenstoff, Benzol und Essigsäure. Die Resultate der unter ver-

schiedenartigen Bedingungen angestellten Versuche sind graphisch dargestellt. Im allgemeinen wurde so verfahren, daß Mischungen gleicher Volumen der angewandten Substanzen mit Wasserdampf destilliert wurden; in den innerhalb einer bestimmten Zeit übergehenden Destillaten wurde das Öl vom Wasser getrennt, nachdem beider Volumen festgestellt war, dann wurde ersteres über wasserfreiem Chlorcalcium getrocknet. Die Versuche führten zu dem Ergebnis, daß die Wasserdampfdestillation in vielen Fällen bei Mischungen flüchtiger Flüssigkeiten eine vollständigere Zerlegung in die Komponenten bewirkt, als die gewöhnliche Destillation mit trockener Hitze. Bei Substanzen, die weit unter  $100^{\circ}$  sieden, ist sie jedoch nicht ausreichend. Der Einfluß von Siedeaufsätzen ist bei der Destillation mit Wasserdampf merklich geringer als bei Anwendung trockener Hitze. Die Destillationsgeschwindigkeit übt nur einen geringen Einfluß auf das Ergebnis aus, doch erhält man in vielen Fällen bei schnellerem Übertreiben das beste Ergebnis. Eine besonders gute Fraktionierung kann oft, wenn nicht immer, durch Wasserdampfdestillation unter vermindertem Druck erhalten werden.

C. A. Neufeld.

**Josef Habermann:** Über einige neue Laboratoriumsapparate. (Zeitschr. analyt. Chem. 1907, 46, 574—581.) — 1. Über einen neuen Hilfsapparat zur

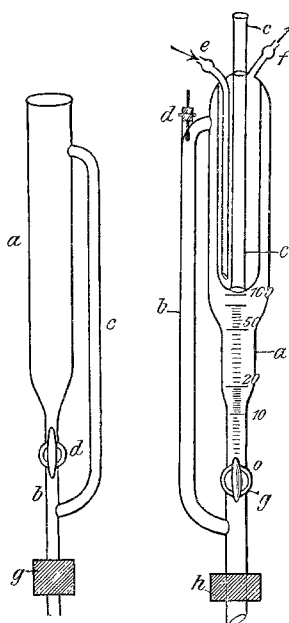


Fig. 5.

Fig. 6.

Erzielung konstanter Temperaturen in Trockenschranken. Die Anwendung dieses Apparates setzt voraus, daß die Heizflüssigkeit des Dampftrockenschrankes nicht aus einem chemischen Individuum besteht, sondern ein homogenes Gemisch von mindestens zwei Flüssigkeiten mit entsprechend verschiedenen Siedepunkten sei; ein solches kann aus gewöhnlichem Amylalkohol und hochgradigem Spiritus hergestellt werden. Der Apparat (Fig. 5) setzt sich aus folgenden Teilen zusammen: 1. aus der ziemlich weiten, oben offenen, Glasröhre a, die unten in die engere Glasröhre b übergeht. An letzterer ist ein Zweiweghahn d angebracht, mittels dessen entweder die Röhre a zum Sammelgefäß für die aus dem Kühler abtropfende Flüssigkeit gemacht wird, oder die in a angesammelte Flüssigkeit nach außen oder in das Siedegefäß abgelassen werden kann. 2. aus der Röhre c, welche das Innere des unter dem Hahne gelegenen Teiles der Röhre b mit dem Inneren des weiten Rohres a verbindet. Der Gebrauch des Apparates, der näher beschrieben ist, ist auch aus der Figur ersichtlich. Mit diesem Apparat konnte der Verf. bei Anwendung des genannten Flüssigkeitgemisches Temperaturen von  $83$ — $123^{\circ}$  erzielen und innerhalb dieser Grenzen für jede beliebige Höhe mit einer höchstens um  $2^{\circ}$  schwankenden Genauigkeit konstant erhalten. — 2. Über einen neuen Aufsatz für fraktionierte Destillation. Dieser Aufsatz besteht aus der Röhre a, welche mit ihrem oberen, weiteren Teil den Rückflußkühler c, c<sub>1</sub>, e und f umschließt (Fig. 6).

Der untere Teil dieser Röhre verengt sich zweimal und bildet bis zum Hahn g bei entsprechender Hahnstellung ein Sammelgefäß, an welchem eine Teilung nach Kubikzentimetern etc. angebracht werden kann. Der Hahn ist ein Zweiweghahn. Die seitliche Röhre b verbindet das Innere des unter dem Glashahne gelegenen Teiles mit dem oberen, den Rückflußkühler umhüllenden Teil der Röhre a. An dem oberen Teil der seitlichen Röhre b ist, zur Einführung eines Thermometers der Ansatz d angebracht, durch welchen auch Habermann'sche Metallkörperchen eingeschoben werden können;

dieser seitlichen Röhre kann auch die Form des Linnemann'schen Fraktionieraufsatzes gegeben werden. Beim Gebrauch wird dieser Fraktionieraufsatz mit dem Siedegefaß und der Kühler des Aufsatzes mit der Wasserleitung verbunden u. s. w. Jede Fraktion kann ohne Unterbrechung des Siedens durch entsprechende Hahnstellung in ein der Ausflußöffnung des Zweiweghahnes g vorgehaltenes Gefäß abgelassen werden. Bei entsprechender Abänderung der Form können mit dem Aufsatz Flüssigkeiten bis 180° bequem destilliert werden.

**J. Schmidt:** Ein neuer Destillierapparat mit Luftkühlung für Stickstoffbestimmungen. (Österr. Chem.-Ztg. 1907, 10, 266—267.)

**E. B. Warren:** Neuer Extraktionsapparat. (Chem. News 1906, 93, 228; Chem.-Ztg. 1906, 30, Rep. 186.)

**H. Göckel:** Gummistopfen mit Asbestfüllung. (Chem.-Ztg. 1907, 31, 960.)

### Forense Chemie.

**K. Kof** und **H. Haehn:** Ein interessanter Weg, um äußerst kleine Mengen Quecksilberchlorid nachzuweisen. (Arch. Pharm. 1907, 245, 529 bis 533.) — Es wurde festgestellt, daß Quecksilberchloridlösung durch besondere Strahlung die photographische Platte beeinflusst, wodurch die geringsten Mengen davon nachweisbar sind. Bringt man z. B. einen Tropfen einer 0,01 %igen Lösung, der 0,005 mg Merkurichlorid enthält, in die Grube eines mit konkavem Schliff versehenen Objektträgers, legt links und rechts von dem Tropfen zwei 2—3 mm dicke Glasstreifen und auf diese eine hochempfindliche photographische Platte mit der Schichtseite nach unten, so wird, wenn nach 24-stündiger Exposition die Platte entwickelt wird, deutlich ein weißer Fleck als Bild des Tropfens darauf sichtbar. [Das dürfte doch wohl nur die Wirkung des Quecksilberchlorides als solchen und nicht besonderer Strahlen sein. — Ref.]

*C. Mai.*

**Hans Reckleben** und **Georg Lockemann:** Über die Reinigung des Wasserstoffgases von seinem Arsengehalt. (Zeitschr. angew. Chem. 1908, 21, 433—436.) — Um Wasserstoff von beigemengtem Arsenwasserstoff zu befreien, ist im Laboratorium eine gesättigte Kaliumpermanganatlösung am vorteilhaftesten zu verwenden. Auch Silbernitrat in 5—10 %iger Lösung kommt in Betracht; es hat den Vorteil, daß man an der Menge des Niederschlages ungefähr den Arsengehalt des Gases beurteilen kann. Quecksilberchloridlösung ist nur solange zuverlässig, als der entstehende Niederschlag noch weißgelblich aussieht. Als festes Reinigungsmittel ist in erster Linie Kupferoxyd zu empfehlen, das außer Arsenwasserstoff gleichzeitig viele andere Verunreinigungen entfernt. Auch Jod ist brauchbar. Für die technische Reinigung des Wasserstoffes würde ausschließlich Hypochlorit in Frage kommen.

*C. Mai.*

**Alfred C. Chapman:** Die Bestimmung geringer Spuren von Arsen. — Die Unempfindlichkeit des Zinks. (Analyst 1907, 32, 247—249). — **W. Thomson** (Mem. and Proceed. of the Manchester Lit. and Phil. Soc. 1906, 50, 111) behandelt die Frage der Unempfindlichkeit des Zinkes und kritisiert die vom Verf. und Law erhaltenen Ergebnisse (Analyst 1906, 31, 3) mit ihrer Methode zur Bestimmung geringer Spuren von Arsen. In Erwiderung auf diese Kritik weist der Verf. darauf hin, daß nach neueren Versuchen die Supertension des Cadmiums der des Bleies gleich ist; sie ist also höher als die des Zinkes, während die Supertension des mit Zink legierten Eisens weit niedriger ist; aus diesem Grunde hat der Verf. den Zusatz von Cadmiumsalz bei seinem Verfahren angewandt. Der Erfolg der „Empfindlichmachung“ hängt in hohem Grade von der Vollständigkeit der Umkleidung der Zinkteilchen mit Cadmium ab. Der Verf. hat mit seinem Verfahren schon einige