

Ein einfaches Verfahren zur Bestimmung des Formaldehyds in verdünnten Lösungen gründet R. Orchard ¹⁾ auf die bekannte Reduktionsfähigkeit desselben gegen ammoniakalische Silberlösung.

10 cc einer etwa 0,1 procentigen Formaldehydlösung fügt man zu einem Gemenge von 25 cc $\frac{1}{10}$ Normal-Silbernitratlösung und 10 cc verdünntem Ammoniak (1 cc Ammoniak von 0,88 specifischem Gewicht in 50 cc Wasser) und erhitzt mindestens 4 Stunden lang am Rückflusskühler.

Man filtrirt das ausgeschiedene Silber ab und bringt es als solches zur Wägung. Auch kann man im Filtrate das überschüssige Silbernitrat titrimetrisch bestimmen.

1 cc $\frac{1}{10}$ Normal-Silbernitratlösung entspricht 0,0007495 g Formaldehyd. Die Multiplication des gewogenen Silbers mit 0,0694 ergibt die Gramme Formaldehyd in der angewandten Menge. Die Beleganalysen sind recht befriedigende.

Die Bestimmung des Tannins und des Gerbstoffs der Gerbmaterien versuchte E. Aweng ²⁾ unter Ueberführung in die bekannten Condensationsproducte mit Formaldehyd. Die Methode scheint sich aber nicht zu einer quantitativen Ausbildung zu lassen.

Zur Bestimmung des Glycerins führt Boulez ³⁾ dasselbe zunächst in Glycerinphosphorsäure $C_3H_5(OH)_2PO_4H_2$ und dann durch Neutralisieren mit Calciumcarbonat in deren Kalksalz über. Die Trennung von dem aus der überschüssigen Phosphorsäure resultirenden phosphorsauren Kalk erfolgt in wässriger Lösung, in welche nur das Kalksalz der Glycerinphosphorsäure übergeht.

Zur Bestimmung verreibt man mittelst eines Pistills circa 1 g Glycerin mit etwa 2 g Phosphorsäureanhydrid in einer Porzellanschale mit flachem Boden von 6 $\frac{1}{2}$ cm Durchmesser und erhitzt 7 Stunden lang auf 130—135°. Man lässt erkalten, löst den syrupartigen Rückstand in 20 cc Wasser und fügt in kleinen Portionen 10 g gefälltes Calciumcarbonat hinzu, wobei man verreibt um die Entwicklung der Kohlensäure zu erleichtern. Man lässt nun unter häufigem Umrühren 12 Stunden lang stehen, filtrirt, wäscht mit 300 cc kaltem Wasser aus und bestimmt im

¹⁾ The Analyst **22**, 4.

²⁾ Apotheker-Zeitung 1896, S. 831; durch Pharm. Zeitschr. f. Russland **35**, 728.

³⁾ Bull. Soc. Chim. du Nord de la France **4**, 115; durch Chemiker-Zeitung **16**, R. 263.

Filtrate wie üblich die Phosphorsäure. Für reines Glycerin fand Boulez statt 1,0652 Phosphorsäure im Maximum 1,07 im Minimum 1,06.

Für die Analyse unreiner Glycerine modificirt man die Methode, indem man nach Zugabe des kohlensauren Kalks noch etwas Chlorcalciumlösung zufügt, sonst aber wie oben angegeben verfährt.

Eine volumetrische Bestimmung der Harnsäure gründet G. Denigés¹⁾ auf die Fällbarkeit derselben durch unterschwefligsaures Kupfer. Für die Ausführung der Bestimmung sind folgende Lösungen erforderlich. Dieselben enthalten in je 1 l:

- 1) 160 g wasserfreies kohlensaures Natron.
- 2) 100 g reines krystallisiertes Natriumthiosulfat und 100 g Seignettesalz.
- 3) 40 g reinen krystallisierten Kupfervitriol und 10 Tropfen concentrirte Schwefelsäure.

Mittelst 10 cc der Lösung 1 fällt man aus 100 cc Urin die Phosphate und alkalischen Erden. Das Filtrat versetzt man mit 40 cc der Lösung 2 und 10 cc der Lösung 3.

Nach 10 Minuten langem Stehen und nachdem man sich von der vollständigen Ausfällung überzeugt hat, filtrirt man mit der Saugpumpe den Niederschlag ab und wäscht ihn mit kaltem Wasser gut aus insbesondere, wenn zuckerhaltiger Harn vorliegt. Den ausgewaschenen Niederschlag spritzt man mit heissem Wasser in eine Porzellanschale, versetzt mit 0,5—1,5 cc Salzsäure und Bromwasser bis das harnsaure Kupfer vollkommen gelöst ist und die Flüssigkeit dauernd gelb oder gelbgrün gefärbt erscheint.

Die Flüssigkeit, deren Volumen nicht mehr als 40 cc betragen soll, erhitzt man zum Sieden, fügt 10 cc Ammoniaklösung hinzu und titrirt das vorhandene Kupfer, während die Lösung stets im Sieden erhalten bleibt, unter tropfenweisem Zusatz einer $\frac{1}{10}$ Normal-Cyankaliumlösung bis zum Verschwinden der Blaufärbung.²⁾

Die Titration wird ungenau bei Gegenwart von Sarkosin, Adenin oder Hypoxanthin. Die Anwesenheit dieser Basen zeigt die Fällung an, die unterschwefligsaures Kupfer in dem mit Kalilauge neutralisirten Urin erzeugt. Man fällt die Basen aus der neutralen Lösung mittelst der

1) Bull. Soc. Pharm. Bordeaux 1896, 75; durch The Analyst **21**, 212.

2) Vergl. R. Fresenius Anleitung zur quant. Analyse VI. Aufl., Bd. I, 336.