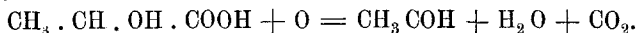


liefert, die den theoretischen sehr nahe kommen, während die Jodoformmethode nur unter Einhaltung bestimmter Versuchsbedingungen praktisch brauchbare Resultate gibt. Die Ausführung der Milchsäurebestimmung selbst geschieht auf folgende Weise:

In einem Kolben befindet sich die nicht mehr als 0,4 g Milchsäure enthaltende Lösung und 300 *ccm* 1-prozentige Schwefelsäure; der Kolben ist verbunden mit einem 50 *ccm* fassenden, graduierten Tropftrichter, während durch eine zweite Bohrung ein Kühler mit einer Reihe Sicherheitskugeln geht, dessen Ende in eine Vorlage von etwa 300 *ccm* Inhalt mündet, die mit 50 *ccm* Wasser beschickt ist. Man erhitzt den Kolbeninhalt zum Kochen, erhält darin, bis alle Luft aus dem Apparat vertrieben, und lässt nun aus dem Trichter tropfenweise  $\frac{1}{20}$ -Normal-Kaliumpermanganatlösung zufließen, bis diese nicht mehr entfärbt wird. Man liest den Permanganatverbrauch ab, gibt noch einige Kubikzentimeter mehr zu und destilliert noch etwa 100 *ccm* ab. Die Vorlage wird auf 300 *ccm* aufgefüllt und in je 100 *ccm* mittels  $\frac{1}{10}$ -Normal-Kaliumbisulfitlösung der Aldehyd bestimmt, indem man Sorge trägt, dass ein erheblicher Überschuss an Bisulfit vorhanden ist. Man schüttelt kräftig durch, lässt 15 Minuten bei Zimmertemperatur stehen und titriert alsdann den Überschuss an Bisulfit mit  $\frac{1}{10}$ -Normal-Jodlösung zurück. Die Oxydation erfolgt nach der Gleichung:



#### IV. Spezielle analytische Methoden.

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

Von

**L. Grünhut.**

**Bestimmung des Nitrations und des Nitritions.** Das Verfahren von M. Busch<sup>1)</sup> zur Bestimmung des Nitrations mittels Nitrons ist unter Anderen auch von C. Paal und E. Weidenkaff<sup>2)</sup> und von E. Fischer und U. Suzuki<sup>3)</sup> an organischen Nitraten, sowie von W. Traube und A. Biltz<sup>4)</sup> an nitrihaltigen Nitratlösungen nach-

1) Vergl. diese Zeitschrift **45**, 62; **47**, 81, 368, 375, 545 u. 714.

2) Ber. d. deutsch. chem. Gesellsch. zu Berlin **38**, 1688.

3) Ber. d. deutsch. chem. Gesellsch. zu Berlin **38**, 4190.

4) Ber. d. deutsch. chem. Gesellsch. zu Berlin **39**, 168.

geprüft worden und hat sich gut bewährt. St. W. Collins<sup>1)</sup> kam gleichfalls zu befriedigenden Ergebnissen. Er studierte insbesondere den Einfluss der Gegenwart fremder Anionen, von denen manche störend wirken könnten, wenn sie nicht zuvor zerstört oder entfernt werden. Das geschieht bei Bromiden durch Zusatz von überschüssigem Chlor in salzsaurer Lösung, Chromation und Nitrition wird durch Hydrazinsulfat reduziert, Jodion wird mit Hilfe von Jodation entfernt. Hierbei erhält man nach dem Verfahren von Gutbier<sup>2)</sup> zu hohe Resultate, weil der Niederschlag jodhaltig wird; durch Zusatz von 2 bis 3 Tropfen verdünnter Schwefelsäure an Stelle der Essigsäure fällt dieser Übelstand fort. Wegen des hohen Preises des Reagenses hat der Verfasser ein Verfahren zur Wiedergewinnung des Nitrons aus dem Nitronnitrat-Niederschlag ausgearbeitet.

J. Litzendorff<sup>3)</sup> studierte die Verwendung des Nitrons zur Bestimmung des Salpetersäurerestes im Boden und in Pflanzen. Zur Bodenanalyse benutzte er nach der Methode von Buhlert und Fickendey<sup>4)</sup> hergestellte Bodenauszüge. In Böden, die mindestens 2—3 mg Nitratstickstoff per 100 g Boden enthalten, lässt sich das Nitrat mit Nitron sehr genau bestimmen. In nitratärmeren Böden ist dies dagegen nicht ohne weiteres möglich, weil sowohl beim stärkeren Eindampfen, wie beim wiederholten Ausziehen des Bodens in der Kälte die Lösung sich mit einem die Kristallisation des Nitronnitrates hemmenden Körper anreichert. Dieselbe Hemmung beobachtet man bei der Analyse von durch Hitze sterilisierten Bodenauszügen. Der betreffende Hemmungskörper lässt sich beseitigen, wenn man der Flüssigkeit beim Eindampfen wiederholt Wasserstoffperoxyd zusetzt. Nach genügendem Eindampfen in der Schale wird der ganze Inhalt in einen Kolben gespült und unter mehrmaligem erneuten Zusatz von Wasserstoffperoxyd viele Stunden in siedendem Wasser bis zur Entfärbung erhitzt.

Aus Versuchen, die Litzendorff an einer, allerdings sehr nitratreichen, Senfgrünsubstanz anstellte, zieht er den Schluss, dass die Untersuchung des wässrigen Auszuges der Pflanzensubstanz nach Schulze-Tiemann etwas zu hohe, die Untersuchung mittels Nitrons dagegen richtige Werte für den Nitratgehalt liefert.

1) The Analyst **32**, 349.

2) Vergl. diese Zeitschrift **45**, 64.

3) Zeitschr. f. angewandte Chemie **20**, 2209.

4) Vergl. diese Zeitschrift **46**, 190.

Die Nitronmethode benutzte M. Busch<sup>1)</sup> zur Bestimmung des Stickstoffgehaltes der sogenannten Nitrozellulose, die bekanntlich ein Salpetersäureester ist. Im allgemeinen ist der Salpetersäurerest in dieser Verbindung schwer zu fassen, weil beim Verseifen mittels Natronlauge die organische Komponente des Esters weitgehend reduzierend wirkt. Busch hat nun, in Gemeinschaft mit S. Schneider, gefunden, dass diese Reduktion nur bis zum Nitritrest fortschreiten kann, wenn die Verseifung bei Gegenwart von Wasserstoffperoxyd vorgenommen wird, und dass andererseits der Nitritrest bei saurer Reaktion durch Wasserstoffperoxyd wieder zu Nitratrest zurückoxydiert werden kann. Hieraus ergibt sich folgender Analysengang:

Etwa 0,2 g Nitrozellulose werden in einem nicht zu weiten Erlenmeyerkolben von 150 ccm Inhalt mit 5 ccm 30-prozentiger Natronlauge und 10 ccm 3-prozentigem Wasserstoffperoxyd zunächst einige Minuten auf dem Wasserbade erwärmt, bis die erste Schaumbildung vorüber ist, und dann auf freier Flamme gekocht, wobei meist innerhalb weniger Minuten Lösung erfolgt. Man fügt alsdann noch 10 ccm Peroxydlösung hinzu und lässt in die auf 50° erwärmte Flüssigkeit mittels Pipette 40 ccm 5-prozentige Schwefelsäure am Boden des Gefäßes eintreten. Nachdem die Flüssigkeit nunmehr bis etwa 80° erwärmt ist, wird sie mit 12 ccm Nitronazetatlösung versetzt; dann führt man die Analyse nach der früher<sup>2)</sup> mitgeteilten Vorschrift zu Ende.

Über die Analyse von Mischsäuren, bei der es sich um die Bestimmung von Schwefelsäure, Salpetersäure und salpetriger Säure (beziehungsweise Nitrosylschwefelsäure) handelt, machen G. Lunge und E. Berl<sup>3)</sup> Mitteilungen. Sie haben gefunden, dass die früher ausgearbeitete, sogenannte »Abrauchmethode«<sup>4)</sup>, für genauere Bestimmungen zu verwerfen ist, weil bei dem Abrauchen Schwefelsäureverluste entstehen, und infolgedessen der Schwefelsäuregehalt zu niedrig, der Salpetersäuregehalt um einen äquivalenten Betrag zu hoch gefunden werden muss. Die Untersuchung der Mischsäuren wird in richtiger Weise so ausgeführt, dass man a) die Gesamtazidität, b) den Permanganattiter, c) den Gesamtstickstoff mittels Nitrometers ermittelt. Die Salpetersäure

---

1) Zeitschrift f. angewandte Chemie **19**, 1328.

2) Vergl. diese Zeitschrift **45**, 63.

3) Zeitschrift f. angew. Chemie **18**, 1681.

4) Taschenbuch für Sodafabrikation, 3. Aufl., S. 249; Post-Neumann, chemisch-technische Analyse, 3. Aufl. **1**, 878.

ergibt sich dann aus c—b, die Schwefelsäure aus a—c. In besonderen Fällen kann man die Schwefelsäure direkt auf gewichtsanalytischem Wege bestimmen; ebenso die Salpetersäure nach der Nitronmethode. Doch wird letztere den Gehalt an Salpetersäure leicht um etwas zu niedrig erscheinen lassen.

L. H. Ingham<sup>1)</sup> beschrieb ein elektrolytisches Verfahren zur Bestimmung des Salpetersäurerestes im Salpeter, beruhend auf der zuerst von C. Luckow<sup>2)</sup> gemachten Erfahrung, dass Nitration bei Gegenwart von Kuprisulfat kathodisch zu Ammoniak reduziert wird. Ingham versetzt die Lösung von 0,5 g Kaliumnitrat in einer Platinschale mit 15 bis 20 *ccm* 4-prozentiger Kupfervitriollösung, fügt 25 bis 50 *ccm* Normalschwefelsäure hinzu, verdünnt auf 125 *ccm* und elektrolysiert die kalte Flüssigkeit bei einer Tourenzahl der Anode von 230 pro Minute mit 4 bis 6 Ampère 30 Minuten lang, während die Spannung am Schluss der Reduktion 9, beziehungsweise 16 Volt beträgt. Die Temperatur des Elektrolyten steigt ohne besondere Erwärmung auf 65°. Das gebildete Ammoniak wird durch Zurücktitrieren der überschüssigen Schwefelsäure bestimmt. Zu berücksichtigen ist, dass für jedes Äquivalent elektrolytisch ausgeschiedenen Kupfers 1 Äquivalent Schwefelsäure frei geworden ist; man muss also den Kupfergehalt der zugesetzten Kuprisulfatlösung genau kennen, kann denselben aber auch noch durch Ermittlung der Gewichtszunahme der Kathode bei jedem einzelnen Versuch kontrollieren. — Für die Beurteilung der Grundlagen dieser Methode hat vielleicht auch eine Arbeit von H. E. Patten und A. Robinson<sup>3)</sup> über die elektrolytische Reduktion der Salpetersäure Interesse.

E. Pozzi-Escot<sup>4)</sup> verwendet bei der Ulsch'schen Methode an Stelle des Eisenpulvers Aluminiumschnitzel, die — namentlich bei Gegenwart von Quecksilber als Katalysator — die Reduktion des Nitrations schon in der Kälte bewirken. Man bringt die nitrathaltige Substanz in einen Kolben, fügt 5 bis 6 g fein geschnittenes Aluminium, 2 *ccm* gesättigte Sublimatlösung und 150 bis 200 *ccm*

1) Journal of the American chemical Society **26**, 251.

2) Diese Zeitschrift **19**, 11.

3) Electrochem. and metallurgical industry **5**, 449; durch Zeitschrift f. angew. Chemie **21**, 748.

4) Ann. chim. analyt. **14**, 445; durch Zeitschr. f. Untersuch. d. Nahrungs- und Genussmittel **20**, 719.

Wasser hinzu. Nach Eintritt der Reaktion wird Lauge zugegeben und das Ammoniak in bekannter Weise abdestilliert.

Ein besonderes Verfahren der Analyse des Chilisalpeters gründet R. Bensemann<sup>1)</sup> auf die Tatsache, dass aus der Lösung desselben beim Eindampfen mit Oxalsäure Chlorwasserstoffsäure, Chlorsäure und Salpetersäure vollständig flüchtig ausgetrieben werden können, so dass man nach dem Glühen des Eindampfungsrückstandes an deren Stelle eine äquivalente Menge Karbonate auffindet. Im einzelnen gibt er folgende Arbeitsvorschrift:

I. Man löst 40 g Salpeter in 500 *ccm* Wasser. In je 50 *ccm* dieser Lösung wird in üblicher Weise Chlorion und Sulfation gewichtsanalytisch bestimmt.

II. 100 *ccm* Lösung I werden in einer Porzellanschale mit 16 g absolut reiner, kristallisierter Oxalsäure zur Trockne verdampft. Die getrocknete Masse wird mit Wasser befeuchtet und von neuem eingetrocknet; dies wiederholt man fünfmal. Dann bringt man alles in eine Platinschale und glüht, anfangs gelinde, später bei Rotglut, über einem einfachen Bunsenbrenner. Die geglühte Masse wird in Wasser gelöst, man sättigt mit reinem Kohlendioxyd, um auch Kalzium- und Magnesiumkarbonat in Lösung zu bringen, bringt auf 250 *ccm* und filtriert. In 125 *ccm* der Lösung ermittelt man das jetzt vorhandene Chlorion, dasselbe entstammt dem beim Glühen zerstörten Überchlorsäurerest; es entspricht also der Menge dieses Bestandteiles. 100 *ccm* der Lösung werden mit doppeltnormaler Säure titriert; die gefundene Alkalinität entspricht der Summe vom Salzsäure-, Chlorsäure- und Salpetersäurerest.

III. 40 g Salpeter werden im Eisentiegel zunächst getrocknet und dann geglüht. Die Schmelze löst man in Wasser, säuert mit Salpetersäure an, bringt auf 500 *ccm* und filtriert. In 50 *ccm* dieser Lösung bestimmt man gewichtsanalytisch das Chlorion; seine Menge entspricht der Summe des im Salpeter enthaltenen Salzsäure-, Chlorsäure- und Überchlorsäurerestes.

Der hier skizzierte Analysengang ist vom Verfasser durch einige Kontrollbestimmungen, sowie durch Angaben über die Ermittlung von Natrium, Kalium, Kalzium und Magnesium, ausgestattet worden. Bei der Analyse von Kalisalpeter sind einige Modifikationen bei der

---

<sup>1)</sup> Zeitschrift f. angew. Chemie **18**, 816, 939, 1225, 1972.

Behandlung mit Oxalsäure erforderlich<sup>1)</sup>, wegen deren ich auf das Original verweise.

Neben dieser »Karbonatmethode« beschrieb R. Bensemänn<sup>2)</sup> noch eine »Chloridmethode«. Dieselbe wird in folgender Weise ausgeführt:

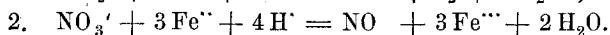
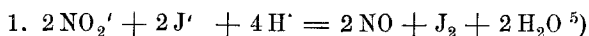
a) Chlorid. Man verdünnt 50 *ccm* der Lösung I mit Wasser, säuert mit Salpetersäure an, fällt mit Silbernitratlösung und wägt das Silberchlorid.

b) Chlorid, Chlorat und Nitrat. Man verdünnt 50 *ccm* Lösung I auf 500 *ccm*, dampft 50 *ccm* dieser Lösung mit Salzsäure in einer Porzellanschale zur Trockne, fügt Salzsäure hinzu, dampft wieder zur Trockne und wiederholt dieses fünfmal. Dann befeuchtet man mit Wasser, trocknet wieder ein und wiederholt auch dieses fünfmal. Man löst in Wasser, säuert mit Salpetersäure an und fällt das Chlorion mit Silbernitratlösung.

c) Chlorid, Chlorat und Perchlorat. Man behandelt 50 *ccm* Lösung III ebenso wie bei a.

d) Chlorid, Chlorat, Perchlorat und Nitrat. Man behandelt Lösung III ebenso wie bei b.

Die Bestimmung des Nitritions und Nitrations neben einander<sup>3)</sup> führen J. Meisenheimer und F. Heim<sup>4)</sup> aus, indem sie beide nacheinander in Stickoxyd überführen, und zwar nach den Reaktionen:



In einem mit Kohlendioxyd erfüllten Gasentwicklungskölbchen lässt man zu der schwach alkalischen Lösung der zu untersuchenden Substanz zunächst 5-prozentige Kaliumjodidlösung, dann verdünnte Salzsäure zufließen, erwärmt gelinde, erhitzt schliesslich zum beginnenden Sieden und fängt das gebildete Stickoxyd — unter Nachspülung mit Kohlendioxyd — im Eudiometer über 12-prozentiger Natronlauge auf. Dann lässt man konzentrierte, stark salzsaure Eisenchlorürlösung zufließen

1) Zeitschrift f. angew. Chemie 19, 471.

2) Zeitschrift f. angew. Chemie 19, 472.

3) Vergl. auch M. Busch, diese Zeitschrift 48, 714.

4) Ber. d. deutsch. chem. Gesellschaft. zu Berlin 38, 3834.

5) Nitrition hatte bereits W. Kalm an (vergl. diese Zeitschrift 29, 194) gasvolumetrisch mittels dieser Reaktion neben Nitration bestimmt.

und fängt das nunmehr entwickelte Stickoxyd in einem zweiten Eudiometer gesondert auf.

F. Raschig<sup>1)</sup> benutzte die gleiche Reaktion zur Bestimmung der salpetrigen Säure mit der — übrigens bereits von A. R. Leeds<sup>2)</sup> angewendeten — Modifikation, dass er nicht das gebildete Stickoxyd misst, sondern das ausgeschiedene Jod mittels Thiosulfats titriert. J. Meisenheimer und F. Heim<sup>3)</sup> bemerken hierzu, dass eine solche Arbeitsweise für die Ermittlung von Nitriten und Nitraten neben einander nicht in Betracht komme. Im übrigen hat Raschig die bekannte Permanganatmethode zur Bestimmung des Nitrits derartig umgestaltet, dass er entsprechend der Kinnicut-Nef'schen<sup>4)</sup> Modifikation des Lunge-Feldhaus'schen<sup>5)</sup> Verfahrens überschüssige Permanganatlösung zu der neutralen Nitritlösung hinzufügt, dann mit Schwefelsäure ansäuert, nunmehr aber den Permanganatüberschuss nicht mit Oxalsäure zurückmisst, sondern denselben nach Volhard<sup>6)</sup> durch Zusatz von Kaliumjodid und Titration mit Thiosulfat zurückbestimmt.

G. Maderna und G. Cofetti<sup>7)</sup> trennen Nitrite von Nitraten auf Grund der Tatsache, dass nur die ersteren, nicht aber die letzteren mit Kaliumferrocyanid in essigsaurer Lösung Stickoxyd entwickeln. Besser noch als in essigsaurer Lösung, arbeitet man in zitronensaurer.

Mit Beziehung auf die Bestimmung des Salpeters im Fleisch wies K. Farnsteiner<sup>8)</sup> darauf hin, dass alle Methoden, welche gleich der Ulsch'schen, auf der Reduktion des Nitrations zu Ammoniak beruhen, zu hohe Resultate geben müssen, weil bei der zugehörigen Destillation bei der Einwirkung von Natronlauge auf die Extraktivstoffe des Fleisches gleichfalls Ammoniak entsteht, und weil auch Magnesia nicht unwirksam ist. Experimentelle Belege hierfür hat W. Stüber<sup>9)</sup> erbracht, und er hat weiter gezeigt, dass — entsprechend

1) Ber. d. deutsch. chem. Gesellsch. zu Berlin **38**, 3911.

2) Diese Zeitschrift **18**, 538.

3) Ber. d. deutsch. chem. Gesellsch. zu Berlin **38**, 4136.

4) Vergl. diese Zeitschrift **25**, 223.

5) G. Lunge, Ber. d. deutsch. chem. Gesellsch. zu Berlin **10**, 1075; Zeitschrift f. angew. Chemie 1891, S. 629.

6) Vergl. diese Zeitschrift **46**, 18.

7) Annuario societa chimica Milano **12**, 79; durch Zeitschrift f. angew. Chemie **21**, 498.

8) Zeitschrift f. Unters. d. Nahrungs- u. Genussmittel **10**, 329.

9) Zeitschrift f. Unters. d. Nahrungs- u. Genussmittel **10**, 330.

den Erfahrungen von Liechti und Ritter<sup>1)</sup> — das Verfahren von Schloesing durchaus geeignet ist, den Nitratgehalt von Fleischauszügen richtig finden zu lassen. Der Verfasser beschreibt die von ihm gewählte Arbeitsweise und den benutzten Apparat näher. Als Zersetzungsgefäß dient ein mit Tropftrichter und Gasableitungsrohr versehenes Kölbchen von 150 *ccm* Inhalt, zum Auffangen des Gases ein mit ausgekochter, 20-prozentiger Natronlauge beschicktes Schiff'sches Azotometer. Mit dem Ablesen des Gasvolumens soll man nach Beendigung des Versuches nicht länger als  $1\frac{1}{2}$  Stunden zögern, da sonst durch hinzu diffundierende, oxydierend wirkende Luft eine merkliche Abnahme des Stickoxydes stattfindet.

C. Paal und G. Mehrrens<sup>2)</sup> fanden nach dem Schloesing'schen Verfahren in der vorstehend von Stüber beschriebenen Ausführungsform für den Salpetergehalt von Fleischauszügen Werte, die um eine Schwebung so hoch waren. Ob die Ablesung des Gasvolumens im Azotometer nach  $1\frac{1}{2}$  Stunden oder nach 3 Stunden erfolgte, war bei ihren Versuchen praktisch bedeutungslos. Bei Versuchen zur quantitativen Salpeterbestimmung in Fleischauskochungen nach der Nitronmethode wurden zunächst unreine Fällungen erhalten, doch liess sich das beheben, wenn die Fleischauskochungen vor der Fällung mit Bleiazetatlösung (nicht Bleiessig) geklärt wurden. Das Extrahieren des Fleisches geschieht zweckmässig in der Weise, dass man zuerst die Fleischmasse 1 bis 2 Stunden unter häufigem Umschütteln mit lauwarmem Wasser digeriert, dann erst aufkocht und nun mit kleinen Mengen Wasser unter stetigem Erhitzen bis zum Verschwinden der Diphenylaminreaktion auslaugt. 50 *g* Fleisch kann auf diese Weise mit 500 *ccm* Wasser der Salpetergehalt vollständig entzogen werden. Hat eine in der Fleischabkochung mit Silbernitrat und Salpetersäure ange stellte Vorprobe die Anwesenheit grösserer Mengen Kochsalz ergeben, so engt man den für die Nitratbestimmung zu verwendenden Teil des Extraktes — gewöhnlich 100 *ccm*, bei sehr geringen Nitratmengen mehr — auf dem Wasserbade auf etwa 20 *ccm* ein und versetzt nach dem Erkalten mit neutraler Bleiazetatlösung, solange noch Fällung entsteht. Nach kurzem Erhitzen und Absitzenlassen des Niederschlages wird filtriert, ausgewaschen und das Filtrat auf 150 bis 180 *ccm*, bei sehr wenig Nitrat nur auf 100 *ccm*, verdünnt. In dieser Lösung führt

<sup>1)</sup> Diese Zeitschrift 42, 205.

<sup>2)</sup> Zeitschrift f. Unters. d. Nahrungs- u. Genussmittel 12, 410.



man die Nitratbestimmung nach der Nitronmethode in üblicher Weise aus. Zuweilen schieden sich nach der Fällung mit Nitron neben den Nadeln des Nitronnitrats auch gallertige Flöckchen des Nitronchlorhydrates aus. Die Flüssigkeit wurde in solchen Fällen nochmals erwärmt, bis sich das Chlorhydrat wieder gelöst hatte und alsdann mit 20 bis 30 *ccm* Wasser versetzt. Liess man nunmehr wieder in Eiswasser erkalten, so schied sich reines Nitronnitrat ab.

Im Anschluss an die vorstehenden, sowie an andere eigene Versuche<sup>1)</sup> haben C. Paal und A. Ganghofer<sup>2)</sup> Untersuchungen über die Entbehrlichkeit der Bleiazetatfällung bei der Analyse der Fleischauszüge angestellt. Bei diesen Versuchen zeigte sich bei der direkten Fällung der Fleischauszüge mit Nitronazetat die bereits von Franzen und Löhmann<sup>3)</sup> beobachtete Fällungshinderung durch die vorhandenen Kolloide, und auch der von den genannten Autoren als Abhilfemittel empfohlene Zusatz von Schwefelsäure lieferte keine ganz vollständig befriedigenden Ergebnisse. Besser bewährte sich eine hydrolytische Spaltung der Kolloide durch Kochen mit Lauge. 50 *g* Hackfleisch wurden dreimal mit Wasser ausgekocht; das Volumen der abgekühlten Filtrate betrug 250 *ccm*. Die so erhaltenen Fleischauszüge wurden mit 0,5—1,5 *g* festem Natriumhydroxyd versetzt, auf dem Wasserbade auf etwa 60 *ccm* eingeengt, mit 25-prozentiger Schwefelsäure schwach angesäuert, filtriert, nachgewaschen, zum Sieden erhitzt und mit Nitronazetatlösung gefällt. Waren — infolge Kochsalzgehaltes des Fleisches — die Nitronnitratfällungen chlorhydrat-haltig, so wurden sie im Neubauer-Tiegel zuerst mit 40 *ccm* Wasser, das mit Nitronnitrat kalt gesättigt worden war, und dann erst — vorschriftsmässig — mit 10 *ccm* Eiswasser ausgewaschen.

Die Nachprüfung der zuletzt erwähnten Vorschläge durch E. Polenske und O. Köpke<sup>4)</sup> hat zu keinem günstigen Ergebnisse geführt. Sowohl die Methoden von Franzen und Löhmann, als auch von Paal und Mehrtens sind nur bequem und zuverlässig, solange es sich um Fleisch von hohem Salpeter- und geringem Kochsalzgehalt handelt, werden jedoch bei geringem Salpeter- und hohem Kochsalzgehalt des Fleisches umständlich und unzuverlässig und zuweilen überhaupt undurch-

<sup>1</sup> Diese Zeitschrift 48, 545.

<sup>2</sup> Zeitschrift f. Unters. d. Nahrungs- und Genussmittel 19, 322.

<sup>3</sup> Vergl. diese Zeitschrift 48, 714.

<sup>4</sup> Arbeiten aus dem Kaiserlichen Gesundheitsamte 36, 291.

föhrbar. Auch bei der Nachprüfung des Verfahrens von Paal und Ganghofer konnten die Verfasser in der Behandlung mit Natronlauge einen wesentlichen Einfluss auf das Ergebnis nicht erkennen. Ebenso wenig erwies sich das von den zuletzt genannten Verfassern angegebene Auswaschen des Niederschlages mit kalt gesättigter Nitronitratlösung als praktisch brauchbar, wenn man bei der Analyse Mengenverhältnisse von Kochsalz und Salpeter vor sich hat, wie sie im Pökelfleisch wirklich vorkommen. Im Gegensatz zu allen diesen Ergebnissen fanden die Verfasser nach der Schloesing'schen Methode in der Stüber'schen Ausführungsweise stets 95—98 Prozent des dem Fleische zugesetzten Salpeters als Stickoxyd wieder. Soll eine noch grössere Genauigkeit erzielt werden, so muss der richtige Wert durch Umrechnen aus einer Kontrollbestimmung mit Fleisch, dem die annähernd gleiche Menge Salpeter und Kochsalz zugesetzt ist, ermittelt werden.

---

## 2. Auf Pharmazie bezügliche.

Von

**H. Mühe.**

**Über die Untersuchung von Arzneimitteln.** Über die Identifizierung und Prüfung von Phenol, Buchenteerkreosot, Steinkohlenteerkreosot, Kresol, Kreosol, Guajakol und Guajakolkarbonat berichtet Joseph Kahn<sup>1)</sup>. Zur Unterscheidung von Buchenteerkreosot, Steinkohlenteerkreosot und Karbolsäure gibt die Pharmakopöe der Vereinigten Staaten von Nordamerika folgende Reaktionen an: Eine wässrige verdünnte Lösung von Kreosot färbt sich mit einer Lösung von Eisenchlorid violett-blau, die Färbung geht schnell über zu einer grünlichen und schliesslich braunen Farbe, indem sich zuletzt ein brauner Niederschlag abscheidet; Steinkohlenteerkreosot soll bei gleicher Behandlung eine violettblaue Farbe geben. Gleiche Mengen von Buchenteerkreosot und Kollodium geben, in einem trockenem Reagensglase gemischt, keine bleibende Gallerte, Phenol und Steinkohlenteerkreosot dagegen eine bleibende Gallerte. An Stelle der besprochenen Reaktionen, die sich zu ähnlich sind, empfiehlt Kahn, die folgenden auszuführen: Eine alkoholische Lösung von Buchenteerkreosot gibt mit Ferrichloridlösung eine

---

<sup>1)</sup> Deutsch-Amerikanische Apotheker-Zeitung 28, 67.