

IV. Specielle analytische Methoden.

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

Von

L. Grünhut.

Untersuchung der Luft. L. Heim¹⁾ arbeitete ein Verfahren zur quantitativen Bestimmung des Gehaltes der Luft an Russ aus. Er exponirt der zu untersuchenden Luft eine Reihe Glasschalen von 20 bis 24 *cm* Durchmesser, wie sie zur Herrichtung feuchter Kammern für bakteriologische Zwecke dienen. Diese Schalen werden 1 *cm* hoch mit destillirtem Wasser gefällt, dem 1 $\frac{0}{10}$ Carbolsäure zugesetzt ist, und mehrere Tage stehen gelassen. Es hat sich am vortheilhaftesten erwiesen, täglich das Wasser in den Schalen zu wechseln, die Russmenge in den gesammelten Proben zu bestimmen und den Durchschnittswerth für 24 Stunden zu berechnen.

In der Flüssigkeit der Schalen sammelt sich nicht nur der niederfallende Russ, sondern man findet darin auch Pflanzentheile, kleine Thierchen oder Stücke von ihnen (Flügel, Haare etc.), Sandkörner, Mauerbrocken und so weiter. Um den wirklichen Russgehalt wenigstens mit einiger Annäherung zu bestimmen, schlägt der Verfasser folgendes Verfahren ein. Zunächst werden alle mit blossem Auge erkennbaren Theilchen, die nicht Russ sind, mit einem kleinen Spatel entfernt. Dann wird die gesammte Flüssigkeit in einem grösseren Gefäss, am besten einem weiss emallirten Topf, unter Zusatz von 5 $\frac{0}{10}$ ihrer Menge an Kalilauge (Liquor Kali caustici des Deutschen Arzneibuches) gekocht. Nach 20 bis 30 Minuten wird mit Salzsäure neutralisirt, dann noch einmal eben so viel Salzsäure zugefügt, als zur Neutralisation verbraucht wurde, und abermals $\frac{1}{2}$ Stunde gekocht. Während des Kochens mit Lauge und mit Säure müssen die an der Gefässwand emporsteigenden, schwimmenden Theilchen mit Hülfe eines Glasstabes mit Gummiüberzug öfters in die Flüssigkeit hinabgewischt werden. Eventuell ersetzt man auch das verdampfende Wasser. Schliesslich wird die etwas abgekühlte Flüssigkeit mit allen suspendirten Theilen in ein Becherglas übergespült und darin 24 Stunden bedeckt der Sedimentirung überlassen. Danach filtrirt man durch ein Faltenfilter von 5 *cm* Halbmesser aus sehr gutem

1) Archiv f. Hygiene 27, 365.

Filterpapier, das zuvor mit Alkohol und Aether ausgewaschen und bei 110° getrocknet war.¹⁾ Man trägt hierbei Sorge, alle schwarzen Theilchen auf das Filter zu bringen, Sandkörnchen dagegen nach Möglichkeit zurückzuhalten. Schliesslich wird das Filter säurefrei gewaschen.

Man breitet das Filter nunmehr möglichst glatt auf einer Glasplatte aus und durchmustert es bei 30- bis 50facher Vergrösserung unter dem Mikroskop. Hierbei entfernt man die leicht weg zu bringenden fremden Theile mit einer möglichst feinen Pincette und schätzt alsdann das Verhältniss zwischen Russ und dem sonstigen Rückstand ab, der in Folge der Vorbehandlung in der Grösse seiner einzelnen Theilchen die der Russpartikeln, welche von punktförmigen Gebilden bis zu millimetergrossen Schollen schwanken, nicht übertrifft. Danach legt man das Filter wieder in den Trichter zurück, wäscht mit Alkohol und Aether aus, trocknet bei 110° und wägt. Aus dem gefundenen Gewicht und der beim Mikroskopiren erhaltenen Procentzahl findet man die Menge des während der Expositionszeit in die Schale gefallenen Russes. Bei Anstellung von Vergleichen rechnet man diese Werthe auf 24 Stunden und 1 *qm* Oberfläche um. Diese Grösse schwankte für Würzburg von 10,9 bis 490,0 *mg* und betrug im Mittel 135 *mg*; für Chemnitz war sie im Mittel 260 *mg*.

Unter Umständen ist eine Vergleichung des erhaltenen Filterrückstandes mit dem Bilde erwünscht, das eine genau abgewogene Menge Russ gewährt. Das Original enthält die Photogramme einiger solcher typischen Rückstände.

Ch. F. Mabery²⁾ bestimmte die Verunreinigungen der Luft in Cleveland, einer grossen Fabrikstadt, in welcher jährlich ca. 117000 Tons Anthracit und 925000 Tons bituminöse Kohle verbrannt werden. Zur Bestimmung des Russes saugte er ca. 100 *l* Luft durch ein Verbrennungsrohr, das theilweise mit ausgeglühtem Asbest gefüllt war, verbrannte dann den zurückgehaltenen Russ und bestimmte die gebildete Kohlensäure durch Wägung eines vorgelegten Absorptions-Apparates. Der so ermittelte Kohlenstoffgehalt gibt etwas zu niedrige Werthe für den Russgehalt der Luft, weil ja der Russ nicht ausschliesslich aus Kohlenstoff besteht. Die so gefundene Russmenge schwankte von 1,5 *mg* bis 39,9 *mg* pro 1 *cbm* Luft.

1) Bei grösseren Russmengen vertheilt man den Niederschlag auf 2 solche Filter.

2) Journ. of the Americ. chem. Soc. 17, 105.

Zur Bestimmung der Verbrennungsproducte des Schwefels wurden 25 bis 50 l Luft, nachdem sie ein Rohr mit ausgeglühtem Asbest passirt hatten, durch ein U-Rohr gesaugt, welches mit Natronlauge befeuchtete Glasstückchen enthielt. Die alkalische Flüssigkeit wurde mit Salzsäure angesäuert, mit Brom oxydirt und mit Chlorbaryum gefällt. So ergaben sich 0 bis 73,9 mg H_2SO_4 in 1 cbm Luft. Behufs besonderer Bestimmung von Schwefelsäure und schwefliger Säure kann man einen Antheil der Absorptionsflüssigkeit bereits vor der Oxydation mit Chlorbaryum fällen.

Ferner wurden 6 bis 50 l Luft durch verdünnte Salzsäure geleitet, und in dieser freies Ammoniak und Albuminoid-Ammoniak nach den in der Wasseranalyse üblichen Methoden bestimmt. Es ergab sich für ersteres ein Gehalt von 0,11 bis 1,37 mg, für letzteres ein solcher von 0,10 bis 0,56 mg in 1 cbm Luft.

Schliesslich wurde noch Luft durch verdünnte Natronlauge (aus metallischem Natrium bereitet) geleitet und in dieser Lösung die Salpetersäure colorimetrisch mit Phenolsulfosäure, die salpetrige Säure colorimetrisch mit Sulfanilsäure und salzsaurem α -Naphthylamin bestimmt. Von ersterer fand der Verfasser 0,06 bis 1,06 mg, von letzterer 0,0006 bis 0,153 mg in 1 cbm Luft.

K. B. Lehmann¹⁾ beschäftigte sich mit der Bestimmung minimaler Schwefelwasserstoffmengen in der Luft. Durchsaugen der Luft durch alkalische Bleilösung oder durch alkalische Nitroprussidnatriumlösung bewährte sich nicht. Dagegen gelang die Bestimmung mittelst Durchleitens durch schwache Jod-Jodkaliumlösung. Die Luft wird mit einer Geschwindigkeit von 6 l in der halben Stunde mittelst Aspirators durch 10 cc $\frac{1}{100}$ -Normaljodlösung geleitet, hinter der ein Gefäss mit 10 cc $\frac{1}{100}$ -Normal-Natriumthiosulfatlösung eingeschaltet ist, um etwa mit fortgerissene Jodmengen zurückzuhalten. Als Absorptionsgefässe dienen die langen, von O. Schulz²⁾ beschriebenen Röhren, durch welche die Luft nur in kleinen Bläschen eintritt. Zum Zstopfen der Absorptionsröhren benutzt man paraffinirte Korke. Man titrirt nach dem Durchsaugen der Luft die Jodlösung mit $\frac{1}{100}$ -Normal-Natriumthiosulfat und die Natriumthiosulfatlösung mit $\frac{1}{100}$ -Normal-

1) Archiv f. Hygiene 30, 262.

2) Münchener medic. Wochenschrift 1891.

Jodlösung zurück. Hierbei können auch bei schwefelwasserstofffreier Luft kleine Differenzen auftreten, die einen Gehalt an dem verunreinigenden Gase vortäuschen. Verfasser hält deshalb nur solche Ergebnisse für richtig, die beim Durchleiten von 8 und von 30 l Luft übereinstimmende Resultate gaben.

Eine annähernde Schätzung gewinnt man auch, wenn man 8 l Luft mit einer Geschwindigkeit von 40 Minuten über ein frisch mit Bleinitrat getränktes Fliesspapierstreifen von 5 cm Länge und 2 cm Breite leitet, das in den Anfang einer Glasröhre von 30 cm Länge und 12 mm Weite geschoben ist. Bei einem Gehalt der Luft von 0,0014—0,0020 pro Mille Schwefelwasserstoff färbt sich der Streifen blass gelblichbraun, bei 0,003 kräftig gelbbraun, bei 0,005 dunkelbraun und bei 0,008 pro Mille schwarzbraun.

Zum Nachweis und zur Bestimmung des Quecksilberdampfes in der Luft bedienen sich Kunkel und Fessel¹⁾ des Jodes. 50 bis 100 l durch Chlorcalcium getrocknete Luft werden durch ein leicht geknicktes Röhrchen von 2—3 mm lichter Weite geleitet, in dem sich einige Jodkörnchen befinden. Die Geschwindigkeit des Luftstromes soll 1 l in 8 bis 10 Minuten betragen. Etwa vorhandenes Quecksilber — und zwar noch 0,01 mg — findet man als Anflug von rothem Quecksilberjodid in dem Röhrchen. Dieses wird mit einigen Tropfen Jodkaliumlösung aus der Röhre gespült, das überschüssige Jod rasch abfiltrirt, und der in Lösung gegangene Antheil desselben durch Natronlauge gebunden. Dann bestimmt man den Quecksilbergehalt der Lösung colorimetrisch mit Schwefelwasserstoff.

2. Auf Pharmacie bezügliche Methoden.

Von

H. Mühe.

Ueber Untersuchung von Jodoform und Jod enthaltenden Bestandstoffen und Arzneimitteln liegt eine Reihe zum Theil schon etwas älterer Arbeiten vor, über die ich nachstehend im Zusammenhang berichte.

¹⁾ Verhandl. d. physikal.-medic. Gesellsch. in Würzburg, **33**, 1; durch Chemiker-Ztg. **23**, R. 189.