

#### IV. Spezielle analytische Methoden.

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

Von

**L. Grünhut.**

**Zur Bestimmung des Kaliumbichromats in der Milch**, der es zuweilen behufs Konservierung von eingelieferten Proben zugesetzt wird, bedient sich Gouère<sup>1)</sup> eines anderweitig sehr bekannten jodometrischen Verfahrens. Die Asche von 5 g Milch wird mit 20 bis 25 cc Wasser, sowie mit 3 cc 10-prozentiger Kaliumjodidlösung und 4 bis 5 cc reiner Salzsäure versetzt. Das sich ausscheidende Jod wird mit etwa  $\frac{1}{50}$ -normaler Natriumthiosulfatlösung titriert. 1 Mol Thiosulfat entspricht  $\frac{1}{6}$  Mol Bichromat. Das Thiosulfat wird zweckmäÙig gegen 50 cc einer 0,2-prozentigen Lösung von chemisch reinem Kaliumbichromat eingestellt. Die angegebenen Reagenzienmengen genügen noch zur Untersuchung von Milch, die 4 bis 5 g Bichromat im Liter enthält.

**Die kolorimetrische Bestimmung der Salizylsäure in Nahrungsmitteln** wird häufig durch die Farbenreaktion der vorhandenen Gerbstoffe mit Eisenchlorid empfindlich gestört. F. T. Harry und W. R. Mummery<sup>2)</sup> vermeiden diese Schwierigkeit durch ein Verfahren, welches darauf beruht, dass Bleitannat in Ätzalkalien unlöslich, Bleisalzyilat aber darin leicht löslich ist. 50 g der Probe werden, eventuell nach vorherigem, bei alkalischer Reaktion auszuführendem Entgeisten, mit wenig Wasser und 15 bis 20 cc Bleiessig versetzt. Man macht nunmehr mit etwa 25 cc Normal-Natronlauge alkalisch, füllt auf 300 cc auf und filtriert. 200 cc des Filtrates säuert man mit Salzsäure an, filtriert wenn nötig und äthert dreimal aus. Aus den vereinigten Ätherauszügen wird der Äther abdestilliert, dann wird der Rückstand in wenig verdünntem Alkohol gelöst. Die Lösung wird auf 100 cc aufgefüllt und in bekannter Weise kolorimetrisch mit Eisenchlorid geprüft.

**Das Verfahren der Prüfung des Weines auf Fluor** von Ch. Blarez<sup>3)</sup> hat L. Vandam<sup>4)</sup> in einigen Punkten abgeändert.

1) Comptes rendus 146, 291.

2) The Analyst 30, 124.

3) Vergl. diese Zeitschrift 45, 456.

4) Bulletin des travaux de la société de pharmacie de Bordeaux 47, 272.

Nach ihm muss die baryumsulfathaltige, das Fluor enthaltende Asche bei Anstellung der Ätzprobe vor dem Zusatz der Schwefelsäure mit zwei Tropfen Wasser versetzt werden. Dieser Zusatz soll in manchen Fällen unbedingt unerlässlich sein; wahrscheinlich dient er zur Zersetzung von Borfluorid oder Siliziumfluorid.

Die Ätzprobe wird in der von Blarez beschriebenen Weise ausgeführt, insbesondere wird der angegebene Kühler beibehalten. Nur bringt Vandam auf den Rand des Tiegels einen Kautschukring und legt auf diesen erst das Uhrglas, das er im übrigen nicht mit Karnaubawachs, sondern mit Paraffin überzieht. Die Erhitzung des Tiegels, in dem die Ätzprobe angestellt wird, geschieht auf dem Wasserbad.

**Über die Färbung des Marsalaweines** berichtet G. Posetto<sup>1)</sup>. Der echte Marsala wird hergestellt durch Verschnitt des nach dem gewöhnlichen Kelterungsverfahren aus Marsalatrauben gewonnenen Weines mit 3 bis 5  $\frac{0}{10}$  eingekochtem Most und 6 bis 7  $\frac{0}{10}$  »sifon«, das ist gespritetem süßem Most. Er verdankt seine eigenartige, dem Kenner als Charakteristikum geltende Farbe dem Mischton aus dem Goldgelb des Weines und dem tiefen Braun des Mostes. Neuerdings kommen an Stelle von echtem Marsala Verschnitte von solchem mit dem gleichen Volumen weissen sardinischen Weines geringster Qualität vor, die mit »Karamelin« gefärbt sind. Dieses Karamelin ist ein Gemisch zweier Teerfarbstoffe: Säuregelb und Bordeaux S.

**Über die Bestimmung des organisch gebundenen Phosphors und Schwefels in Vegetabilien** macht A. Stutzer<sup>2)</sup> Mitteilungen. Zunächst wird behufs Bestimmung des Gesamtphosphors und Gesamtschwefels die Substanz (5 g) durch Kalziumnitratschmelze<sup>3)</sup> aufgeschlossen. Die Schmelze wird in der üblichen Weise untersucht. Will man in einer Schmelze beide Bestandteile bestimmen, so löst man die geschmolzene Masse in Salzsäure, macht mit Ammoniak neutral und dann mit Essigsäure sauer. Hatte man eiserne Tiegel verwendet, so ist der gesamte Phosphor als Eisenphosphat ausgeschieden; will man sicher gehen, so setzt man vor der Zugabe von Ammoniak einige Tropfen Eisenchloridlösung hinzu. In der Ausscheidung wird die Menge der Phosphorsäure (nach dem Molybdänverfahren), im Filtrat die Schwefelsäure bestimmt.

1) Zeitschrift d. allgem. österreich. Apotheker-Vereins 43, 729.

2) Biochemische Zeitschrift 7, 471; vom Verfasser eingesandt.

3) Vergl. diese Zeitschrift 47, 186.