

zeigten Milchproben mit Zusätzen von 0,5 bzw. 1,0 bzw. 1,5 mg N_2O_5 im Liter bereits nach 24 Stunden negativen Ausfall der Nitratreaktion. Mit Formalin konservierte Milch läßt sich mit Erfolg noch nach langer Zeit auf Nitrat untersuchen, jedoch zeigte sich, daß der Nitratgehalt derartiger Milch innerhalb eines Monats um etwa die Hälfte abgenommen hatte; ein Zusatz von 0,2 mg N_2O_5 war nach dieser Zeit kaum noch nachzuweisen. Besondere Rücksicht ist auf den Nitratgehalt des zu verwendenden Filtrierpapiers zu nehmen. Sowohl fertige quantitative wie auch selbst geschnittene Filter erwiesen sich als deutlich nitrathaltig. Zwecks Reinigung werden die Filter in einem geeigneten Glas- oder Porzellangefäß mehrere Male mit kaltem destilliertem Wasser ausgelaugt, bis der letzte Auszug nach Versetzen mit Natriumchloridlösung und Diphenylaminreagens innerhalb einer Stunde keine Blaufärbung mehr gibt. Sodann werden die Filter auf einen Porzellanteller im Trockenschrank getrocknet und in einer gut verschlossenen Kartonschachtel an einem von Salpetersäuredämpfen freien Orte aufbewahrt. Ferner ist auf peinlichste Sauberkeit der Gerätschaften, wie Reagensgläser, Pipetten, Trichter, zu achten. Dieselben spült man zweckmäßig sofort nach Gebrauch, trocknet sie im Trockenschrank und bewahrt sie in einem geeigneten verschließbaren Fache auf.

E. Dinslage.

Zucker, Zuckerwaren und künstliche Süßstoffe.

Emile Saillard: Bestimmung der Saccharose in den Rübenmelassen. Inversionsmethode durch doppelte neutrale Polarisation. (Compt. rend. 1915, 160, 31—34.) — Die Methode von Clerget liefert zu niedrige Resultate. Die Hauptfehlerquelle liegt in den optischaktiven Stickstoffsubstanzen und den Salzen der Melasse. Die Stickstoffsubstanzen besitzen in alkalischer und saurer Lösung nicht das gleiche Drehungsvermögen. Diese Hindernisse für eine genaue Bestimmung der Saccharose in der Melasse werden durch eine doppelte, neutrale Polarisation beseitigt. Man gibt das Vierfache des französischen Normalgewichts an neutralisierter Zuckerrübenmelasse in einen 200 ccm-Kolben, reinigt durch eine genügende Menge Bleiessig (kein Überschuß), füllt auf 200 ccm auf, schüttelt um und filtriert (Filtrat K). 50 ccm des Filtrats K versetzt man mit derjenigen Menge Chlorkalium, welche der für die Inversion erforderlichen Mengen Salzsäure äquivalent ist, füllt auf 100 ccm auf, gibt etwas Tierkohle hinzu, schüttelt um, filtriert und polarisiert bei 20° (Polarisation A). 50 ccm Filtrat K invertiert man mit 6,8 ccm Salzsäure von 22° Bé., neutralisiert durch Kalilauge, kühlt auf 20° ab, füllt auf 100 ccm auf, gibt etwas Tierkohle hinzu, schüttelt um, filtriert und polarisiert (Polarisation B). Es ergibt sich hieraus:

$$\text{Saccharose} = \frac{100 (A + B)}{\text{Inversionskoeffizient} - \frac{1}{2} t}$$

Bestimmung der Inversionskoeffizienten. Es wird angenommen, daß die in der Sulfatasche eines Normalgewichts Melasse enthaltene Schwefelsäuremenge 1,8 ccm Salzsäure von 22° Bé. äquivalent ist. Man bereitet sich eine reine Zuckerrücklösung P von der gleichen Polarisation wie diejenige des Filtrates K. Man versetzt 50 ccm der Lösung P mit einer Menge von Chlorkalium, welche 8,6 ccm Salzsäure von 22° Bé., äquivalent ist, füllt auf 100 ccm auf, schüttelt um und polarisiert bei 20° (Polarisation A'). Man invertiert 50 ccm der Lösung P durch 5 ccm Salzsäure von 22° Bé., kühlt auf 20° ab, gibt 3,6 ccm Salzsäure von 22° Bé. oder die äquivalente Menge Chlorkalium hinzu, neutralisiert mit Kalilauge, füllt auf 100 ccm auf, schüttelt um und polarisiert (Polarisation B'). Man verdünnt 50 ccm der Lösung P auf 100 ccm, schüttelt um und polarisiert bei 20° (Polarisation A''). Der Inversionskoeffizient X ergibt sich zu:

$$X = \frac{100 (A' + B') + \frac{1}{2} t A''}{A''}$$

An Stelle von Chlorkalium und Kalilauge kann man auch Chlornatrium und Natronlauge verwenden. Es wird angenommen, daß die Salze eines Normalgewichts Melasse 1,8 ccm Salzsäure von 22° Bé. binden; daher werden zur Inversion der Melasselösung an Stelle von 5 ccm Salzsäure 6,8 ccm verwendet. In der zu polarisierenden Melasselösung ist also eine den präexistierenden Salzen + 6,8 ccm Salzsäure entsprechende Äquivalenz von 8,6 ccm Salzsäure von 22° Bé. vorhanden. (Chem. Zentralbl. 1915, I, 708—709.)

H. Pellet: Über die Bestimmung der Raffinose in Gegenwart von Saccharose. (Ann. Chim. analyt. appl. 1916, 21, 89—91; Chem. Zentralbl. 1917, I, 279.) — Nach den bisherigen Beobachtungen des Verf.'s gibt die Methode von C. S. Hudson und T. S. Harding (Journ. Americ. Chem. Soc. 37, 2193; Chem. Zentralbl. 1916, I, 36) bei der Bestimmung der Raffinose in den Produkten der Zuckerfabrikation brauchbare Resultate.

P. Neumann.

VI. Stanek: Über den Einfluß der Aminosäuren und der Linksglutaminsäure auf die Bestimmung der Raffinose und der Saccharose in Melassen nach der Inversionsmethode. (Zeitschr. f. Zuckerind. Böhmen 1916, 41, 154—160; Chem. Zentralbl. 1917, I, 279.) — An Säuren wurden Asparaginsäure, Glutaminsäure und Linksglutaminsäure verwendet. Es zeigte sich, daß die drei Säuren bedeutende Fehler bei der optischen Bestimmung der Saccharose verursachen, besonders wenn bei der Berechnung die Raffinoseformel verwendet wird. Dagegen sind die mittels der Polarisation gleichsaurer Lösungen vor und nach der Inversion unter Verwendung der Clerget-Herzfeld'schen Formel gewonnenen Werte richtig, bei Melassen aber nur, wenn sie frei von Raffinose sind. Da Rohzucker melassen nur verhältnismäßig geringe Mengen Raffinose enthalten, so empfiehlt es sich, bei reinen Rübenmelassen die Berechnung nicht nach der Raffinoseformel vorzunehmen und den Zuckergehalt darin mittels saurer Polarisation und der Clerget-Herzfeld'schen Formel zu bestimmen.

P. Neumann.

VI. Stanek: Über die in Alkohol unlöslichen Melasse-Nichtzucker. (Zeitschr. f. Zuckerind. Böhmen 1917, 41, 292—298; Chem. Zentralbl. 1917, I, 707.) — Durch Ausziehen der getrockneten Melassen mit Alkohol wurden 2,9—6,02% der Melasse eines in Alkohol unlöslichen Gemisches amorpher Stoffe erhalten, in dem 58—93% des gesamten Farbstoffes, etwa 10% des Stickstoffs und $\frac{1}{10}$ — $\frac{1}{3}$ der Asche der Melasse enthalten waren. Die Darstellung chemischer Körper daraus gelang nicht; auch ein Zusammenhang zwischen dem Quotienten und der Menge des unlöslichen Gemisches wurde nicht beobachtet.

P. Neumann.

VI. Stanek: Über die stickstoffhaltigen Farbstoffe der Melasse. (Zeitschr. f. Zuckerind. Böhmen 1917, 41, 298—306; Chem. Zentralbl. 1917, I, 707.) — Verf. fand, daß die in Alkohol unlöslichen Nichtzuckerstoffe der Melasse sich zum Teil mit Metallsalzen (Silber, Kupfer, Blei) fällen lassen, wobei fast der gesamte Farbstoff und ein Teil des Stickstoffs in den Niederschlag gehen. Unter den Farbstoffen der Melassen müssen demnach auch stickstoffhaltige Stoffe vertreten sein. Verf. gelang es, die Farbstoffe der Melasse in einige Fraktionen zu zerlegen, deren eine eine sehr stark färbende, stickstoffhaltige Säure ist; die löslichen Alkalisalze dieser Säure bilden etwa die Hälfte der Farbe der Melasse. Verf. schlägt für diese Säure den Namen Fuskazinsäure vor; ihr Stickstoffgehalt beträgt 7,1—7,3%, die Asche 0,2—0,3%. Verf. nimmt an, daß die Säure ein Kondensationsprodukt aus einer Aminosäure und Zucker ist.

P. Neumann.

Patente.

J. D. Riedel, A. G. in Berlin-Britz: Verfahren zur Darstellung von p-Phenetolcarbamid. D.R.P. 313965 vom 22. März 1917. (Patentbl. 1919, 40, 837.) — Wässrige Lösungen von Alkalicyaniden werden nach Zusatz von alkalischen Oxydationsmitteln mit salzsaurem Phenetidin versetzt. Das erhaltene Produkt soll als Süßstoff Verwendung finden.

M. Schütz.