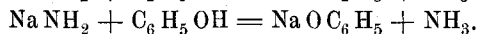
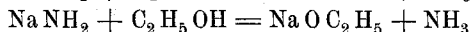
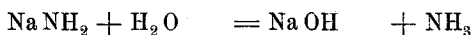


trockenschrank bei 95—100° getrocknet, dann über Nacht in den Vakuum-exsikkator über Kali und Schwefelsäure gestellt und gewogen. Zur Berechnung der Ameisensäure ist das Gewicht des gefundenen Kalomels mit 0,097726 zu multiplizieren.

Weitere Versuche bestätigten die Tatsache, dass die Ameisensäure sich quantitativ aus einer Flüssigkeit abdestillieren lässt. Letztere befindet sich in einem 800 *ccm* fassenden Kjeldahlkolben mit langem Hals, der mit einem doppelt durchbohrten Gummistopfen versehen ist. Durch die eine Bohrung geht das Dampfzuleitungsrohr, die andere Bohrung ist für einen Reitmair'schen Destillationsaufsatz bestimmt, durch den der Kolben mit einem senkrecht stehenden Schlangenkühler verbunden ist. Die Lösung, ungefähr 200 *ccm*, wird mit 10 *ccm* 50-prozentiger Phosphorsäure angesäuert und nun Wasserdampf hindurchgeleitet. Der Kühler muss möglichst lang gewählt und für gute Kühlung durch einen kräftigen Wasserstrom gesorgt werden. Das Destillat fängt man in einem Becherglas von 2 *l* Inhalt auf, neutralisiert nach beendeter Destillation mit Normalnatronlauge und führt dann die Bestimmung der Ameisensäure in der oben beschriebenen Weise aus.

Eine neue Methode zur Analyse der Handelsphenole hat S. B. Schryver¹⁾ ausgearbeitet.

Dieselbe beruht auf der Einwirkung von Natriumamid, welches man nach A. W. Titherley²⁾ leicht rein und in beträchtlicher Menge erhalten kann, auf Phenole. Mit Hydroxylverbindungen setzt sich dieses um unter Bildung von Salzen und Ammoniak:



Um das Natriumamid von den letzten Spuren Ammoniak zu befreien, wird es einige Male durch Dekantation mit Benzol gewaschen, in einem Kolben, welcher mit einem schräg aufwärts gerichteten Kühler verbunden ist, mit thiophenfreiem Benzol übergossen und die Mischung auf dem Wasserbade zum Kochen erhitzt, während ein trockener, kohlen-säurefreier Luftstrom hindurchgeht.

Nach ungefähr 10 Minuten lässt man aus einem Tropftrichter das in Benzol gelöste Phenol langsam zu dem Natriumamid zutropfen und

¹⁾ The Journal of the Soc. of Chem. Ind. 18, 553.

²⁾ Trans. Chem. Soc. 66, 504.

fängt das entweichende Ammoniak in vorgelegter Normal-Schwefelsäure auf, die letzten Reste desselben durch einen Luftstrom aus dem Apparat verdrängend.

Um genaue Resultate zu erhalten, sind namentlich folgende Punkte zu beobachten:

Das Phenol sowohl wie der Apparat müssen vollkommen frei von Feuchtigkeit sein; das Trocknen des Phenols geschieht am besten mit entwässertem Natriumacetat. Da die gebildeten Natriumsalze in Benzol fast unlöslich sind, ist, um ein Verstopfen zu vermeiden, eine genügende Menge Benzol anzuwenden. Das Benzol muss frei von Thiophen sein, damit nicht geringe Mengen Schwefelverbindungen, welche mit übergehen, die Genauigkeit der Titration beeinträchtigen. Um alles Ammoniak auszutreiben, muss der Luftstrom genügend lange, etwa $1\frac{1}{4}$ Stunde, durchgeleitet werden.

Statt Benzol ist auch Xylol oder Toluol zu verwenden, in diesem Falle ist aber die Erhitzung auf dem Sandbade vorzunehmen. Die Anwesenheit von Kohlenwasserstoffen ist ohne Einfluss auf die Bestimmung.

Eine Studie über die Bestimmung des Tannins veröffentlicht E. Aglot.¹⁾

Dieselbe enthält eine kurze Zusammenstellung der zur Tanninbestimmung dienenden Methoden, welche auf 6 Haupttypen zurückgeführt werden. Keine derselben eignet sich jedoch zur allgemeinen Einführung. Es wurde festgestellt, dass die nach den verschiedenen Methoden erhaltenen Resultate sowohl von einander abweichen, wenn es sich um die Untersuchung ein- und desselben Tanninpräparates handelt, als auch dass ein und dieselbe Methode in ihren Ergebnissen schwankt, sobald die Analyse verschiedener Tanninpräparate in Betracht kommt. Es beruht dies einmal in der starken Färbung, welche die Lösungen der Tanninpräparate besitzen und welche das Erkennen der Endreaktion erschwert, und ferner auf ihrem Gehalt an fremden Substanzen, wie Säuren, Basen, Salzen, deren Verhalten gegen die angewandten Reagenzien nur recht unvollständig bekannt ist.

Es folgt nun die Beschreibung des Albumin-, des Eisen- und des Gelatine-Verfahrens. Hat man nach einer dieser Methoden das Tannin als Niederschlag erhalten, so bestimmt man den Gehalt an diesem auf optischem Wege²⁾ durch die Undurchsichtigkeit der trüben Flüssigkeit

¹⁾ Zeitschrift f. angew. Chemie 1898, S. 181.

²⁾ Siehe auch diese Zeitschrift **33**, 447.