

Trehalose ist also in Bezug auf Moleculargrösse und ihre Inversionsproducte der Maltose gleich; sie unterscheidet sich aber von dieser dadurch, dass sie Fehling'sche Lösung nicht angreift und mit Phenylhydrazin kein Osazon bildet.

2. Quantitative Bestimmung organischer Körper.

a. *Elementaranalyse.*

Nachweis und Bestimmung der Halogene. Zum Nachweis der Halogene in organischen Substanzen benutzen H. Kastle und W. A. Beatty¹⁾ die Eigenschaft eines Gemenges von Kupfer- und Silbernitrat beim Erhitzen die organischen Verbindungen vollkommen zu oxydiren, während das Halogen sich mit dem Silber verbindet.

Für die Prüfung von nicht flüchtigen Substanzen mengt man etwa 0,1 g derselben mit etwa 0,5 g eines Gemenges von Silbernitrat und Kupferniträt und bringt das Ganze in ein Glasröhrchen. Man erhitzt dasselbe bis zur vollkommenen Zersetzung der Niträte, wobei man die Temperatur nicht über Dunkelrothgluth steigen lässt. Nach dem Erkalten bringt man auf die geschmolzene Masse etwas Wasser, verdünnte Schwefelsäure und einige Zinkstücke. Nach kurzer Zeit ist alles Halogensilber reducirt, man filtrirt und prüft das Filtrat durch Zufügen von Silbernitrat und verdünnter Salpetersäure auf vorhandenes Halogen.

Für sehr flüchtige Substanzen, wie zum Beispiel Chloroform, wendet man eine an einem Ende zugeschmolzene J-förmig gebogene Röhre an und spannt das Rohr so ein, dass das offene Ende nach oben steht. In das zugeschmolzene Ende der Röhre bringt man circa $\frac{1}{4}$ cc der flüchtigen Substanz. 0,5 g des oben angegebenen Nitratgemenges bringt man nun in die dem offenen Ende zunächst gelegene Biegung und erhitzt zuerst die Niträte bis zum beginnenden Schmelzen und dann allmählich die Substanz. Das Erhitzen wird fortgesetzt, bis die Niträte vollkommen zersetzt sind und die Substanz verflüchtigt ist. Man zerbricht die Röhre und behandelt den geschmolzenen Inhalt genau in der oben angegebenen Weise.

Dieser Nachweis der Halogene lässt sich leicht und rasch ausführen; die Niträte sind leicht absolut chlorfrei zu erhalten.

¹⁾ American chemical Journal 19, 412.

Die Methode gestattet auch in einfachster Weise zu constatiren, welches Halogen vorhanden ist.

Bei der Bestimmung von Halogenen in organischen Substanzen durch Glühen mit Kalk, Lösen desselben in Salpetersäure und Fällen mit Silbernitrat, findet man bei der Filtration, dass die Waschwasser häufig kein Silbernitrat mehr enthalten, dagegen aber eine deutliche Reaction auf Kalk liefern. Da nun Nitrate alkalischer Erden Chlor-silber¹⁾ und auch Jod- und Bromsilber merklich zu lösen vermögen, empfiehlt R. Wegscheider²⁾ die Niederschläge bis zur Entfernung der Kalksalze mit Silbernitrat enthaltendem Wasser und dann erst mit reinem Wasser auszuwaschen, um ein Auflösen des Halogensilbers zu vermeiden. Das Auswaschen mit Silbernitrat enthaltendem Wasser kann ziemlich bald unterbrochen werden, wenn man bei der Fällung einen grossen Ueberschuss von Silbernitrat anwendet und dafür sorgt, dass das Flüssigkeitsvolumen ein relativ kleines ist.

Für die Trennung von Chlor, Brom und Jod in organischen Substanzen wenden P. Jannasch und E. Rölitz³⁾ die von Jannasch und Aschoff angegebene Methode⁴⁾, Destillation mit Natriumnitrit und Schwefelsäure zur Austreibung des Jods, respective Destillation mit Kaliumpermanganat in stark essigsaurer Lösung zur Austreibung des Broms, und Auffangen der übergelassenen Halogene in alkalischer Wasserstoff-superoxydlösung an⁵⁾.

Der Aufschluss der organischen Verbindungen erfolgt nach Carius oder nach der Kalkmethode. Zur Ausführung der letzteren bringt man in eine etwa 50 cm lange Kaliglasröhre von 4 mm lichter Weite zunächst 3—4 cm Aetzkalk, dann die mit Aetzkalk gemengte Substanz und dann wieder reinen Aetzkalk. Die Röhre schliesst man mittelst eines Asbest-

1) Fresenius, Anleitung zur quant. chem. Analyse, 6. Aufl., Bd. I S. 176.

2) Monatshefte für Chemie **18**, 344.

3) Zeitschrift f. anorganische Chemie **15**, 68.

4) Vergl. diese Zeitschrift **34**, 613 und 752 (1895).

5) Hinsichtlich der letzteren Operation weisen die Verfasser in einer besonderen Abhandlung (Zeitschrift für anorganische Chemie **15**, 66) darauf hin, dass die Gegenwart von überschüssigen essigsäuren Salzen störend auf die vollständige Austreibung des Broms wirkt, während Nitrate und Sulfate die Bestimmung nicht beeinträchtigen. Die Verfasser ergänzen daher die frühere Vorschrift von Jannasch und Aschoff in der Weise, dass alkalische Flüssigkeiten mit Salpeter- oder Schwefelsäure zu neutralisiren und dann erst mit Permanganat und Essigsäure zu versetzen sind.

stopfens und klopft einen Canal. Die Röhre wird in einem Verbrennungs-
ofen allmählich erhitzt, der Aufschluss dauert etwa 1 Stunde. Die
vorderen 10—15 cm Aetzkalk dürfen nicht durch abgeschiedene Kohlen-
theilchen geschwärzt sein.

Nach dem Erkalten der Röhre bringt man deren Inhalt in einen
mit Glasstopfen verschliessbaren Literkolben, der zu $\frac{1}{3}$ mit Wasser ge-
füllt ist.

Man spült die Röhre mit Wasser und dann mit verdünnter Salpeter-
säure nach. Unter stetem Umschütteln und Kühlen fügt man portionen-
weise starke Salpetersäure hinzu, bis noch ein kleiner Rest von un-
gelöstem Kalk übrig bleibt.¹⁾ Man filtrirt und wäscht Aetzkalk und
Kohlenrückstand mit heissem Wasser nach. Man achte darauf, dass die
Flüssigkeit vor der Filtration absolut farblos erscheint und die Kolben-
luft nicht nach Jod riecht. Bei Einhaltung der oben angegebenen
Vorsichtsmaassregeln ist ein Verlust an Jod nicht zu befürchten.

In dem erhaltenen Filtrat werden die Halogene mit einer Mischung
von gleichen Mengen concentrirter Salpetersäure und 10 procentiger Silber-
nitratlösung ausgefällt. Vor der Filtration wird noch circa 1 Stunde
unter Umrühren im Wasserbade erwärmt.

Die nach dieser oder der Carius'schen Methode erhaltenen ab-
filtrirten Silberniederschläge werden noch feucht sammt dem Filter in
einer Silberschale mit 5—6 g reinem Natronhydrat bis zum ruhigen
klaren Fluss geschmolzen. Die Schmelze wird in Wasser gelöst, filtrirt
und mit Schwefelsäure, respective Salpetersäure angesäuert. In der
Lösung wird nun nach der oben angeführten Methode die Trennung der
Halogene vollzogen.

b. Bestimmung näherer Bestandtheile.

Die Bestimmung des Alkyls am Stickstoff haben J. Herzig und
H. Meyer²⁾ nach ihrer Methode³⁾ an einer Anzahl Verbindungen aus-
geführt, um einen Aufschluss über deren Constitution zu erhalten. Ich
begnüge mich mit dem Hinweis auf diesen Theil der Arbeit. Die Ver-
fasser machen darauf aufmerksam, dass die Methode nicht bloss für die
Untersuchung der Basen und ihrer jodwasserstoffsäuren Salze anwendbar

1) Sollte man zu viel Salpetersäure zugesetzt haben, so gibt man wieder
etwas Aetzkalk zu.

2) Monatshefte für Chemie 18, 379.

3) Vergl. diese Zeitschrift 33, 607 (1894) u. 34, 458 (1895).