

für andere gasanalytische Zwecke schon von selbst ergibt.

Vorzüglich geeignet ist der Apparat aber auch für qualitative Zwecke behufs Auffangen eines Gases und darauffolgende Analyse desselben. Hierzu ist natürlich nur der Cylinder *A* mit Verschlussahnh und den Innenröhren nothwendig. Das durch die Cylinderflüssigkeit gereinigte Gas kann dann in beliebigen Portionen entnommen und untersucht werden. In den meisten Fällen genügt hierzu ein kleiner, etwa 15 cm hoher Cylinderapparat.

Zu technischen Zwecken, und hauptsächlich in solchen Fällen, in denen man grössere Mengen Gas zu messen oder verschiedene Gase zu trennen hat, kann man den Cylinder *A* durch eine mit drei Öffnungen und mit Centimeterscala versehene Woulf'sche Flasche zweckentsprechender Grösse ersetzen. Hier wird man dann durch die eine der Öffnungen eine der Röhre *a* und durch die entgegengesetzte Öffnung eine der Röhre *b* entsprechende Vorrichtung anbringen und zum Auffangen der Flüssigkeit einen Messcylinder entsprechender Grösse wählen. Messrohr *C* mit Innenrohr ersetzt dann ein entsprechend kleiner Messcylinder, mit Steigerohr versehen und mit diesem dem Inhalte nach eingestellt¹⁾.

Die gewichtsanalytische Bestimmung reducirender Zucker mittels Fehling'scher Lösung.

Von

Dr. A. Prager.

(Mittheilung aus dem Laboratorium des Gerichts-Chemikers Dr. Bein.)

Seite 431 d. Z. macht Killing unterrichtiger Würdigung der bei der gewichtsanalytischen Bestimmung reducirender Zucker hervortretenden Schwierigkeiten auf die vielen, in letzter Zeit für diese Bestimmung vorgeschlagenen Methoden aufmerksam, welche zum Theil an einer gewissen Unsicherheit kranken. Auch ich habe, da ich oft zahlreiche derartige Bestimmungen nebeneinander auszuführen hatte, diesen Mangel unangenehm empfunden und sah mich genötigt, nach

¹⁾ Herstellung und Vertrieb der beschriebenen Apparate hat die Firma Dr. Bender & Dr. Hobein, München, Gabelsbergerstrasse, übernommen. Dieselbe liefert Apparate für quantitative Zwecke in zweckentsprechender normaler Grösse, sowie auch kleinere Apparate ohne Messröhren für qualitative Analysen.

einer Methode zu forschen, welche, in verhältnissmässig kurzer Zeit ausgeführt, doch genaue Resultate ergeben musste.

Die Ungenauigkeiten, welche bei der unter normalen Verhältnissen als genau geltenden Methode von Märcker-Allihn eingetreten können, sind von Killing genügend gewürdigt worden; ebenso sind diejenigen Fehler, welche durch direkte Wägung resp. Veraschung des auf einem Filter gesammelten Kupferoxydulniederschlag entstehen, von Killing, Nihoul (Chemzg. 1893, 500; 1894, 881) und Grünhut (das. 1884, 447) hervorgehoben worden.

Dennoch gibt diese letztere Methode unter Beachtung gewisser Vorsichtsmaassregeln genaue Resultate, wie ich mich durch Hunderte von Vergleichsbestimmungen, welche z. Th. mit Lösungen von bekanntem Gehalte ausgeführt wurden, überzeugt habe. Wenn nämlich der zu sammelnde Niederschlag nicht minimal ist, dann erhält man selbst nach wiederholtem Abdampfen des Kupferoxyds mit Salpetersäure schliesslich doch zu niedrige Resultate. Der Grund hiervon liegt in der Bildung kleiner Klümpchen von Kupferoxyd beim Glühen, welche reducirtes Kupfer im Innern hartnäckig einschliessen und es Oxydationsmitteln unzugänglich machen. Es gelingt nun auf folgende Weise, die Bildung solcher Klümpchen zu verhindern und damit nach der bezeichneten Methode genaue Resultate zu erhalten:

Der nach genauer Einhaltung der Kochdauer gewonnene Niederschlag von Kupferoxydul wird auf einem Doppelfilter gesammelt, Filter nebst Niederschlag nach Auswaschen gut getrocknet, was in einer Viertelstunde geschehen kann, der Niederschlag möglichst vollständig auf ein fehlerfreies Glanzpapier geklopft und das Filter allein im Platintiegel verascht. Die Asche lässt sich durch einen gut ausgeglühten Platinendraht in ein feines Pulver zerdrücken, worauf nach dem Erkalten des Tiegels das Kupferoxydul von dem Glanzpapier in bekannter Weise in den Tiegel gebracht wird. Mit ganz kleiner Flamme wird nun der Tiegelinhalt unter stetem Rühren mit einem ausgeglühten Platinendraht erhitzt, wobei sich das Kupferoxydul in ein ganz feines Pulver von Kupferoxyd umwandelt. Nunmehr kann bei bedecktem Tiegel noch einige Minuten mit grösserer Flamme erhitzt und dann gewogen werden. Selbst nach wiederholtem Eindampfen mit Salpetersäure habe ich bei auf solche Art entstandenem Kupferoxyd eine Gewichtszunahme niemals feststellen können. Bei Anwendung stets gleich grosser Filter desselben aschefreien Filtrirpapieres

hat man nur nöthig, einen einmaligen blinden Versuch mit reiner Fehling'scher Lösung zu machen, um ein für allemal die von dem Filter zurückgehaltene Menge Kupfer zu bestimmen, welche jedesmal von dem gefundenen Gewichte in Abzug zu bringen ist.

Die nach dieser Methode erhaltenen Resultate waren stets mit den in Asbeströhrchen unter Reduction des Kupferoxyduls zu Kupfer ausgeführten Analysen übereinstimmend.

Es bietet diese Methode somit bei erheblich abgekürztem und vereinfachtem Verfahren einen hohen Grad von Genauigkeit und ist der Prüfung auch von anderer Seite wohl werth.

Über das Verhalten von neutralem und basisch-essigsaurem Blei gegen kohlensaures, schwefelsaures und phosphorsaures Natrium in Gegenwart von Invertzucker.

Von
Arthur Borntraeger.

In einer kürzlich (S. 454 d. Z.) veröffentlichten Abhandlung habe ich über das Verhalten von Bleizucker und Bleiessig gegen Soda, neutrales Natriumsulfat und Dinatriumsulfat in Abwesenheit von Zuckerarten berichtet. Jetzt handle ich über das Verhalten jener Bleiacetate gegen die erwähnten drei Salze in Gegenwart von Invertzucker. Zu den betreffenden Untersuchungen wurde ich durch Angaben von Stern und Fränkel (d. Z. 1893, 579) veranlasst. Diese beobachteten gelegentlich der Bestimmung von Zucker in Süssweinen in vereinzelten Fällen, dass beim Ausfällen des überschüssigen Bleiessigs der entstandene Niederschlag auf Zusatz von mehr Sodalösung wieder verschwand, während bekanntlich (siehe auch meine vorige Arbeit) Bleicarbonat von Sodalösung nur wenig aufgenommen wird. Als sie nun eine Invertzuckerlösung mit Bleiessig und darauf mit Soda versetzten, verschwand der zunächst aufgetretene Niederschlag wieder auf weiteren Zusatz von kohlensaurem Natrium. Dextrose vermochte nicht, eine solche Wirkung zu äussern. Es hängt also das erwähnte Verhalten des Invertzuckers, und somit auch jener Süssweine, wie später Stern und Hirsch (S. 116 d. Z.) hervorgehoben haben, ausschliesslich von der Lävulose ab. In Bestätigung dieser Schlussfolgerung wurde weiter gefunden, dass in den fraglichen Weinen die Lävulose gegenüber der Dextrose nicht unbeträchtlich vor-

herrschte. Andere Süssweine, welche hinsichtlich des Bleiniederschlages ein „normales“ Verhalten zeigten, enthielten viel weniger Lävulose als Dextrose. Solche Süssweine nennen Stern und Fränkel „normale“, während ich (d. Z. 1892, 207) zu dem Schlusse gekommen war, dass die ohne Stärkezucker bereiteten Süssweine — ausgenommen die dunkelbraunen Malagawine, nicht aber die unter Saccharosezusatz gewonnenen — zum mindesten ebenso viel Lävulose wie Dextrose enthalten. Letzteren Gegenstand gedenke ich späterhin noch eingehender zu behandeln.

Was das Löslichwerden des kohlensauren Bleis in Sodalösung durch die Gegenwart von Zuckerarten anbelangt, so kann ich jene Angaben von Stern und Fränkel betreffs des Verhaltens der Dextrose und des Invertzuckers bestätigen. Überschüssige Soda vermag den aus Bleizuckerlösungen oder Bleiessig gefällten Niederschlag von Carbonat in Gegenwart von Invertzucker wieder aufzulösen, während ich für Dextrose eine solche Wirkung nicht beobachteten konnte. Es ist also der Schluss von Stern und Hirsch berechtigt, dass obiges Verhalten des Invertzuckers lediglich von der Lävulose abhänge, sofern man nämlich den Invertzucker, gemäss der allgemeinen Auffassung, als nur aus Dextrose und Lävulose (gleiche Theile) bestehend ansieht.

Für die nachstehend aufzuführenden Versuche über das Verhalten von Bleizuckerlösungen und Bleiessig gegen Soda, neutrales schwefelsaures Natrium und Dinatriumphosphat in Gegenwart von Invertzucker diente eine neutral reagirende Invertzuckerlösung, welche nach der zweiten der von mir (d. Z. 1889, 477) mitgetheilten Methoden dargestellt worden war. Die benutzten Lösungen von kohlensaurem, schwefelsaurem und phosphorsaurem Natrium waren die in der vorigen Arbeit erwähnten. Das Gleiche gilt für den Bleiessig. Als Bleizuckerlösung diente theils die damals verwendete vom spec. Gew. 1,07, theils eine solche mit der Dichte 1,223.

I. Versuche mit neutralem essigsaurem Blei.

a) Verhalten von Bleizucker gegen Soda in Gegenwart von Invertzucker und Dextrose.

1. Über das Wiederauflösen des Bleicarbonats durch überschüssige Soda in Gegenwart von Invertzucker. Von Flüssigkeiten, welche in 100 cc bez. 10, 5 und 2,5 g Invertzucker neben 5 cc einer Bleizuckerlösung vom spec. Gew. 1,223 enthielten, wurden je 10 cc unter fortwäh-