

## Analytische Chemie.

**Nachweis der Salpetersäure und Salpetrigsäure, der Nitrate und Nitrite.** Neue Reactionsmethoden mit theilweiser Rücksicht auf die Guttularmethode von H. Hager (*Pharm. Centralh.* 25, 289). Es wird genau beschrieben, in welcher Weise man am zweckmässigsten mit gepulvertem Ferrosulfat oder reinem Phenol Salpetersäure nachweist.

Will.

**Eine neue Reaktion auf Salze des Natriums, Ammoniums und Lithiums** von H. Hager (*Pharm. Centralh.* 25, 291). Natronsalze geben mit einer Lösung von Kaliumstannosochlorid eine weisse Fällung. Man bereitet das Reagenz, indem man 5 Theile Stannochlorid, 10 Theile destillirtes Wasser und so viel Aetzkalilauge von 1.145 g spec Gew. zusammenmischt, dass eine fast klare Lösung entsteht. Nach Verlauf einer Stunde setzt man noch 5 Theile Kalilauge und 15 Theile Wasser zu und filtrirt nach einigen Stunden. Die Lösung muss völlig klar und farblos sein. Die zu prüfende Flüssigkeit darf nicht sehr sauer sein (mit KOH eventuell zu neutralisiren); Salze der Erden und Metalle dürfen nicht zugegen sein (durch reine Kaliumcarbonatlösung zu beseitigen).

Bei Spuren von Natron tritt mit diesem Reagenz eine Trübung erst nach einigen Minuten ein. Gegenwart von Borsäure wirkt störend. Lithium- und Ammoniumsalze verhalten sich wie Natronsalze, nur dass beim Lithium Gegenwart eines Borats keine Störung der Reaction verursacht. Weingeist giebt mit der Zinnoxidullösung ebenfalls einen Niederschlag.

Will.

**Ueber die Gegenwart von Alkalien in Beryll** von Samuel L. Penfield (*Americ. J. of Science* (3) XXVIII, 25). Verfasser fand in einigen Beryllen nordamerikanischer Fundorte bis zu 6 pCt. Alkalien. Ein Beryll von Hebron, Maine, enthielt 2.92 pCt.  $\text{Cs}_2\text{O}$  und 1.17 pCt.  $\text{Li}_2\text{O}$ , ein solcher von Norway, Maine 1.66 pCt.  $\text{Cs}_2\text{O}$  und 0.84 pCt.  $\text{Li}_2\text{O}$ . Kalium und Rubidium wurde in keinem der untersuchten Mineralien gefunden.

Schertel.

**Ueber die Bestimmung des Mangans und Phosphors in Eisen, Stahl u. s. w.** von Magnus Troilius (*Berg- und Hüttenm. Zeitg.* 1884, 284). Die in diesen Berichten XVI, 1690 beschriebene Methode — Fällung von Mangandioxyd aus der Lösung in überschüssiger concentrirter Salpetersäure durch Kaliumchlorat — erfährt detaillirteste Schilderung. Erwähnt sei, dass bei der Analyse von Spiegeleisen und Ferromangan mehrmals aufgekocht und Kaliumchlorat zugegeben werden muss, um vollständige Fällung zu erzielen. Die

Phosphorbestimmung wird nach der Molybdänsäuremethode ausgeführt, die nochmals auf das eingehendste beschrieben wird. Schertel.

**Ueber die Bestimmung des Siliciums in Eisen und Stahl** von Thomas Turner (*Chem. Soc.* 1884, 260). Verfasser hat die verschiedenen Methoden der Siliciumbestimmung verglichen; zur Bestimmung des Gesamtsiliciums empfiehlt er das Metall in Salzsäure zu lösen, zur Trockne zu dampfen und den in Salzsäure unlöslichen Theil des Trockenrückstandes mit Soda aufzuschliessen. Wurde das Metall mit Königswasser gelöst, so kann der unlösliche Theil der zur Trockniss gedampften Salzmasse direkt geglüht und gewogen werden. Die Methode von Drown und Shimer (*diese Berichte* XIV, 279), specieller dargelegt von Watts (*diese Berichte* XV, 2275), zur getrennten Bestimmung des Siliciums im Eisen und der im Eisen enthaltenen Schlacke durch Verbrennen des Eisens im Chlorstrome giebt zu niedrige Resultate für Silicium, da beim Einleiten des Chlorsilicium haltenden Gasstromes in Wasser merkliche Mengen Kieselsäure an der Leitungsröhre, sowie an den Wandungen der Vorlage anhaften. Zur Vermeidung dieses Verlustes bedient sich der Verfasser als Vorlage eines gewogenen Will-Varrentrapp'schen Apparates. Schertel.

**Analyse von Pflanzenstoffen** von E. Reichert (*Arch. Pharm.* 222, 415). Der Verfasser empfiehlt zur Analyse von Pflanzenstoffen den folgenden Gang:

1. Aschenbestimmung.
2. Bestimmung der Proteinsubstanz, welche durch Ermittlung des Stickstoffgehalts nach der Methode von Will-Varrentrapp gefunden wird. Die Menge des gefundenen Stickstoff mit 6.25 multiplicirt giebt den Proteingehalt.
3. Untersuchung der Trockensubstanz. 1.2 g der bei 100° getrockneten Probe werden zunächst mit Aether ausgezogen, und das beim Verdunsten des Aethers zurückbleibende wird als Fett in Rechnung gebracht. Der Rückstand der Aetherextraktion wird mit der 10—20fachen Menge Alkohol ausgezogen, filtrirt und der Abdampfrückstand als Zucker berechnet. Der Filtrerrückstand wird mit Wasser behandelt und das in Lösung gehende als Gummi bezeichnet, das hierbei ungelöste wird mit 20—30ccm 5procent. Schwefelsäure 1—2 Stunden am Rückflusskühler gekocht, filtrirt und der Rückstand abermals eben solange mit 5procent. Natronlauge gekocht. Die ungelöste Cellulose wird dann auf einem gewogenen Filter gesammelt und nach dem Trocknen bei 100° gewogen. Die Filtrate beider Abkochungen werden vereinigt,

mit Schwefelsäure stark angesäuert, nochmals 1—2 Stunden lang gekocht und dann mit Fehling'scher Lösung titriert. Die Abdampfrückstände der ätherischen und alkoholischen Lösung müssen noch näher untersucht werden. WILL.

**Einige Bemerkungen zur Zuckerbestimmung im Harn mittelst Fehling'scher Lösung** von Georg Buchner (*Chem. Ztg.* 8, 945—46). Um in zuckerhaltigen Harnen, welche, wie dies öfter vorkommt, beim Erwärmen mit Fehling'scher Lösung nur eine opalescirende gelbrothe Lösung geben, nicht aber Kupferoxydul abscheiden, wodurch leicht die Anwesenheit von Zuckergehalt übersehen werden kann, letzteren sicher auffinden zu können, versetzt man den Harn mit Kupfersulfatlösung (1:10) im Ueberschuss und erhitzt zum Kochen. Hierbei scheidet sich ein graugrüner Niederschlag aus, den man nach dem Erkalten abfiltrirt. Das Filtrat, welches auf Zusatz von Kalilauge oder von Fehling'scher Lösung eine lasurblaue Farbe annimmt, lässt nun beim Kochen schönes gelbrothes Kupferoxydul fallen, selbst wenn der Harn nur geringe Mengen Zucker enthält. In allen Fällen, welche sonst bei Anwendung der vorgeschlagenen Modificationen, wie successiver Kupfersulfatzusatz in alkalischer Lösung (die vorherige Abscheidung des Kreatinins mittelst Chlorzink ist umständlich und zeitraubend), ein unentschiedenes Resultat lieferten, erhielt Verf. so die entschiedenste Zuckerreaktion. Der Zusatz der Kupfersulfatlösung bewirkt eine Abscheidung von harnsaurem (nebst phosphorsaurem) Kupferoxyd und beseitigt das Kreatinin, welches die Reduction des Kupferoxydes durch Zucker beeinträchtigt. PROSKAUER.

---