

Anilin wird deshalb vor der Bestimmung in Form von unlöslichem Tribromanilin entfernt. Die in der Lösung vorhandenen Chlor- und Bromionen, die ebenfalls stören würden, werden gleichzeitig als Silbersalze gefällt und auch entfernt. — *Ausführung.* Man versetzt die Probe, die nicht mehr als 200 mg Glycerin enthalten soll, in einem 100 ml-Meßkolben mit 22,06 g KBr und 24,4 ml Salzsäure (D 1,125) je 1 g Probe und füllt mit Wasser zur Marke auf. Zur Anilinbestimmung titriert man 10 ml der Lösung unter ständigem Schütteln mit 0,1 n KBrO_3 -Lösung bis zur ersten bleibenden Gelbfärbung der über dem Niederschlag befindlichen klaren Lösung. 1 ml 0,1 n KBrO_3 -Lösung entspricht 1,550 mg Anilin. Man neutralisiert nun die austitrierte Lösung mit 0,5 n Natronlauge gegen Methylorange als Indicator, gibt 5 Tr. gesätt. K_2CrO_4 -Lösung zu und titriert die Halogenionen mit 1 n AgNO_3 -Lösung bis zum Farbumschlag. Zur Glycerinbestimmung versetzt man weitere 10 ml der obigen Lösung mit allen genannten Reagentien einschließlich der Lauge und AgNO_3 -Lösung aber ohne die Indicatoren, filtriert und wäscht den Niederschlag mit dest. Wasser. Das Filtrat wird mit 5 ml 0,1 n H_2JO_4 -Lösung (0,1 Mol $\text{NaJO}_4 + 100$ ml 1 n Schwefelsäure im Liter) versetzt und 15 min bei Raumtemperatur stehen gelassen. Dann fügt man 10 ml gesätt. NaHCO_3 -Lösung, 15 ml 0,1 n Arsenitlösung und 1 ml 10%ige KJ-Lösung zu, läßt 15 min stehen und titriert den Arsenitüberschuß mit Jodlösung zurück (Verbrauch C ml 0,1 n Jodlösung). Ein Blindversuch wird genauso, aber ohne Zusatz der Probe durchgeführt (Verbrauch C' ml 0,1 n Jodlösung). Man findet Milligramm Glycerin = 2,301 (C - C').

¹ Chem. analit. (Warszawa) 4, 947—957 (1959) [Polnisch]. (Mit engl. Zus.fass.)
Abt. chem. Technol., Univ. Krakau (Polen). A. KURTENACKER

Die störenden Faktoren bei der Bestimmung von Citronensäure nach ihrer Pyridin-Acetanhydrid-Methode¹ in Gegenwart von Casein untersuchten J. R. MARIER und M. BOULET². Um bei der Prüfung von Magermilch eine störende Opalescenz zu vermeiden, wird empfohlen, den pH -Wert durch Alkalizusatz über 12,3 zu legen. Casein, das für Modellversuche verwendet werden soll, muß nach Fällung mit Salzsäure aus Milch mindestens 7mal in 0,1 m Natriumacetatlösung resuspendiert werden, damit eine Störung der Citrat-, Calcium- und Lactosebestimmung verhindert wird. Diese Versuche werden ausführlich beschrieben.

¹ MARIER, J. R., u. M. BOULET: J. Dairy Sci. 41, 1683 (1958); 42, 1885 (1959). —

² J. Dairy Sci. 43, 1414—1420 (1960). Div. Appl. Biol., Nat. Res. Council, Ottawa (Canada). A. NIEMANN

Die Bestimmung von Glucose, Fructose und Saccharose nehmen E. MICHALSKI, K. CZARNECKI und M. IGNACZAK¹ amperometrisch vor. Die Zucker werden mit Cer(IV)-perchlorat oxydiert, der Überschuß an Oxydationsmittel wird mit Natriumoxalat amperometrisch ohne äußere Spannung zurücktitriert. Es kann auch die Dead stop-Methode angewendet werden. Als Indicatorelektrode dient ein blanker Platindraht, Vergleichselektrode ist die gesätt. Kalomelektrode. Zur *Bestimmung von Glucose* wird die Probe mit dem 2fachen Überschuß an Oxydationsmittel (0,1 n Cer(IV)-perchloratlösung in 1 n Perchlorsäurelösung²) versetzt und 35 bis 45 min auf 60° C erhitzt. Nach dem Abkühlen titriert man mit 0,15 n Natriumoxalatlösung in 1 n Perchlorsäure. Bei 0,6—8 mg Glucose beträgt die Standardabweichung 0,10—0,75%. Zur *Bestimmung von Fructose und Saccharose* wird zur vollständigen Oxydation 45 bzw. 50 min erhitzt. Bei Fructose beträgt der Fehler für 0,6—12,5 mg 0,09—0,8%, bei Saccharose für 0,6—7 mg 0,15—0,93%.

¹ Talanta (London) 5, 137—140 (1960). Inorgan. Chem. Dep., Univ. Łódź (Polen). — ² SMITH, G. F., u. C. GETZ: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. 12, 339 (1940); vgl. diese Z. 122, 429 (1941). MARGOT ZIMMERMANN