

b. Bestimmung näherer Bestandteile.

Eine neue Analysenmethode für Zitronensäure, respektive Kalziumzitat, schlagen G. Romeo und S. Di Palma¹⁾ vor. Die Methode beruht auf der Unlöslichkeit des Baryumzitrats in 63-prozentigem Alkohol; die Azetate des Kaliums, Natriums und Baryums sind dagegen darin löslich. 2 g des feinst gemahlten Kalziumzitrats werden in einem Messkolben von 200 ccm Inhalt mit einer Lösung von 4 g Kaliumkarbonat in 50 ccm Wasser 30 bis 40 Minuten lang auf dem siedenden Wasserbade erwärmt. Nach dem Erkalten füllt man zur Marke auf und filtriert. 50 ccm des Filtrats werden nach Zusatz von 1 ccm Essigsäure in einer Porzellanschale auf ein Volumen von 5 ccm eingedampft. Dazu setzt man einige Tropfen Phenolphthaleinlösung, neutralisiert mit $\frac{1}{10}$ -Normal-Natronlauge bis zur schwach rötlichen Färbung, und fügt 10 ccm einer neutralen Baryumazetatlösung und dann 20 ccm 90-prozentigen Alkohol hinzu. Nach 1 bis 2 Stunden langem Stehen wird filtriert und das Baryumzitat mit 63-prozentigem Alkohol ausgewaschen. In einem Platintiegel verascht man den getrockneten Niederschlag und behandelt ihn dann mit Schwefelsäure; das erhaltene Baryumsulfat entspricht dem Gehalt an ursprünglich vorhandener Zitronensäure. Durch Multiplikation der erhaltenen Gramme Baryumsulfat mit

$$\frac{140 \cdot 200}{233,3} = 120$$

ergibt sich der Prozentgehalt an kristallisierter Zitronensäure $C_6 H_8 O_7 + H_2O$.

Bei der volumetrischen Bestimmung des Phenols²⁾ nach Koppeschaar wird der Endpunkt der Titration des durch das überschüssige Brom in Freiheit gesetzten Jodes mittels Natriumthiosulfats ungenau durch die Anwesenheit des ausgefällten Tribromphenols. Bringt man dieses durch Zusatz von 1 ccm Chloroform in Lösung, so ist das Ende der Titration, auch ohne Zusatz von Stärkelösung, scharf zu erkennen.

Eine Fraktionierung der Naphta in der Kälte schlägt K. V. Charitchkoff³⁾ vor. Die in Amylalkohol gelöste Naphta fällt man

¹⁾ Rendiconti Soc. chim. Roma **3**, 21; durch Zeitschrift f. angew. Chemie **18**, 1146.

²⁾ Journal de Pharm. d'Anvers **1905**, 150; durch Pharm. Zentralhalle **46**, 531.

³⁾ Journal Soc. phys. chim. R. **35**, 1287; durch Bull. Soc. chim. de France **43**, 233.