

8 Volt. Unter diesen Bedingungen werden 0,5 g Eisen in 60 bis 70 Minuten in den Ferrozustand übergeführt; eine Bildung von Wasserstoffsperoxyd oder Überschwefelsäure findet nicht statt. Nachdem man sich durch Prüfung mit Rhodanlösung von der vollständigen Reduktion des Eisens überzeugt hat, unterbricht man den Strom, gibt den Inhalt der Porzellanzelle zur Hauptlösung und setzt nach dem Auffüllen der Zelle die Elektrolyse noch 10 Minuten fort. Hierauf kann die Lösung mit Permanganat titriert werden. Wenn die Methode auch nicht besonders rasch ausführbar ist, so besitzt sie doch den Vorteil, dass keine Zusätze erfolgen, durch welche Verunreinigungen in die Lösung gelangen.

Eine neue Methode zur Reduktion der Ferrisalze und deren Titration mit Permanganat hat A. Leclère<sup>1)</sup> vorgeschlagen. Man bringt die zu reduzierende Ferrisalzlösung mit etwas reinem granuliertem Zink und einem Stückchen Platindraht in einen Erlenmeyerkolben, säuert mit Schwefelsäure im Verhältnis von 1 bis 2 *ccm* auf 100 *ccm* Lösung an und fügt 2 bis 3 g Ammoniumsulfat hinzu. Hierauf bedeckt man mit einem Trichter und erhitzt zu gelindem Sieden, bis die Reduktion beendet ist. Durch den Zusatz von Ammoniumsulfat wird Ferroammoniumsulfat gebildet, welches in schwefelsaurer Lösung sehr beständig ist. Die filtrierte Ferrosalzlösung wird sodann in üblicher Weise mit Permanganat titriert. Der Verfasser empfiehlt die Methode besonders zur Bestimmung des Eisens in Aschen. Blut wird unter Zusatz von Schwefelsäure verascht, die Asche mit Kaliumbisulfat geschmolzen, die Schmelze in Wasser gelöst, filtriert und wie angegeben reduziert.

### III. Chemische Analyse organischer Körper.

Von

P. Dobriner unter Mitwirkung von A. Oswald.

#### 1. Qualitative Ermittlung organischer Körper.

Die Identitätsreaktion der Karbolsäure mit Bromwasser besprechen O. Anselmino und A. Mandke<sup>2)</sup>.

Bei einer Verdünnung von 1 Teil Karbolsäure auf 38000 Teile Wasser liefert Bromwasser noch eben einen weissen Niederschlag. Bei

<sup>1)</sup> Journ. Pharm. Chim. 7, 587; durch Journ. of the Soc. of Chem. Ind. 32, 769.

<sup>2)</sup> Apotheker-Zeitung 28, 214; durch Chem. Zentralblatt 84, I, 1543.

grösseren Verdünnungen von 1 : 40000—1 : 50000 ist keine Trübung mehr zu erkennen, dagegen scheiden sich nach einiger Zeit am Boden der Gefässe gelbe Kristalle von Tribromphenolbrom ab.

**Zur Erkennung und Identifizierung der zweiwertigen Phenole** veröffentlicht die Pharmazeutische Zentralhalle<sup>1)</sup> eine Reaktion.

Resorzin, Brenzkatechin und Hydrochinon geben mit Formaldehyd in saurer Lösung eigenartige Färbungen, die besonders mit Resorzin sehr auffallend sind. Fügt man zu Resorzin Formaldehyd und einige Tropfen Salzsäure oder Schwefelsäure, so bildet sich eine weisse, flockige Masse, welche beim Erhitzen mit konzentrierter Salzsäure oder beim Eintragen in konzentrierte Schwefelsäure feurig karminrot wird; die Farbe geht auf Zusatz von Wasser oder beim Neutralisieren der Säure durch gelbrot in orange über.

Mit Brenzkatechin tritt eine tiefbraunviolette Färbung auf, welche beim Verdünnen oder Neutralisieren fleischfarben, mit überschüssigem Alkali grünlichbraun wird.

Wird Hydrochinon mit Formaldehyd und einer grösseren Menge konzentrierter Schwefelsäure (auf 100 *ccm* Lösung etwa 10 *ccm*) behandelt, so scheidet sich ein weisses Harz ab, welches sich beim Kochen mit konzentrierter Salzsäure oder beim Eintragen in konzentrierte Schwefelsäure schwach braungelb färbt, auf Wasserzusatz heller und mit Natronlauge dunkelolivgrün wird.

**Über die Reaktionen der Naphtensäuren** bringt K. V. Charitschkoff<sup>2)</sup> einen Nachtrag, in welchem er mitteilt, dass die von ihm früher<sup>3)</sup> beschriebenen Reaktionen der Naphtensäure mit Kupfervitriol, Eisenoxydulsalzen, Kobaltnitrat und Wasserstoffsperoxyd ausschliesslich der einbasischen Pentamethylensäure zukommen. Naphtensäuren oder hydrozyklische Säuren mit Hexamethylenringen geben die Reaktionen nicht. Die zuletzt genannten Säuren sind grösstenteils kristallinisch und in Petroläther sowie in Benzin schwer löslich.

Es steht somit fest, dass die beschriebenen Reaktionen als charakteristische Reaktionen des Pentamethylenrings zu betrachten sind.

1) Buletinul Societatii de Stiinta 17, 41; durch Pharm. Zentralhalle 54, 1024.

2) Chemiker-Zeitung 36, 1378.

3) Vergl. diese Zeitschrift 52, 491 (1913) und 53, 129 (1914); sowie E. Pyhäälä, diese Zeitschrift 53, 130 (1914).