

20 ccm Alkohol, in denen 0,1120 g Cumarin und 0,1192 g Melilotsäure gelöst waren, durchtränkt und über Nacht stehengelassen. Man extrahierte 12 Stunden im Soxhletapparat mit Äther und arbeitete wie gewöhnlich.

Versuchsergebnisse: Es wurden 0,2552 g Cumarin gefunden. Nach Abzug des zugefügten Cumarins enthielten die 20 g Blätter 0,1432 g, entsprechend 0,716% Cumarin. Gefunden wurden 0,5465 g Melilotsäure; nach Abzug der zugefügten Melilotsäure enthielten die 20 g Blätter 0,4273 g, entsprechend 2,136% Melilotsäure.

Auf S. 179 findet sich eine Tabelle, in welcher der Gehalt an Cumarin und Melilotsäure in den Blättern und Stengeln der 14 von uns untersuchten Proben von *Melilotus officinalis* angegeben ist.

Eine gasvolumetrische quantitative Bestimmungsmethode für Bleidioxid.

Von

A. P. Kreschkow und W. K. Iljuchin.

Moskauer Chemisch-Technologisches Mendelejew-Institut.

[Eingegangen am 20. März 1933.]

Mennige und Bleidioxid (im Verkehr meist fälschlich als Superoxyd bezeichnet) finden hauptsächlich in der Lack- und Farbenindustrie, ferner in der Zündholz-, Glas- und Akkumulatorenindustrie Verwendung; deshalb stehen die Laboratorien der genannten Industrien oft vor der Aufgabe der Untersuchung dieser Produkte, die auf Grund der von den verschiedenen Industrien an sie gestellten technischen Bedingungen verschiedene Verunreinigungen nur in bestimmten Bruchteilen von Prozenten enthalten dürfen.

Hierbei ist die Bestimmung des Gehaltes an Bleidioxid von wesentlicher Bedeutung. Für verschiedene Zwecke ist dieser durch Standardnormen festgesetzt.

In der Literatur findet sich eine grosse Reihe von Vorschlägen zur PbO_2 -Bestimmung, die fast alle auf der Ermittlung der Oxydationswirkung beruhen. Keine derselben kann aber als völlig befriedigend angesehen werden. Wir verweisen sowohl hinsichtlich der Vorschläge als auch der Kritik derselben auf die Literatur¹⁾. Wir haben uns nicht

¹⁾ F. Lux, diese Ztschrift. **19**, 153 (1880); W. Diehl, Dinglers polyt. Journal **242**, 196 (1882); vergl. diese Ztschrift. **26**, 296 (1887); G. Topf, diese Ztschrift. **26**, 296 (1887); M. Liebig, Ztschrift. f. angew. Chem. **14**, 828 (1901); vergl. diese Ztschrift. **41**, 761 (1902); Schlossberg, diese Ztschrift. **41**, 735 (1902); A. Reinisch, vergl. diese Ztschrift. **50**, 214 (1911); J. F. Sacher, Chem. Ztg. **35**, 731 (1911); C. Finzi und E. Rapuzzi,

mit der Nachprüfung oder der Erweiterung der Kritik beschäftigt, sondern gesucht, auf einem neuen Weg, durch ein gasvolumetrisches Verfahren, die Aufgabe zu lösen.

Wir versuchten zwei Reaktionen zu Grunde zu legen, einerseits die Oxydation von Oxalsäure und Messung des entstehenden Kohlendioxids und andererseits die Einwirkung von Wasserstoffsuperoxyd auf Bleidioxid und Messung des freiwerdenden Sauerstoffs.

Während ersterer Weg nicht zu befriedigenden Ergebnissen führte, lieferte der zweite durchaus gute Resultate.

Experimenteller Teil.

Als Ausgangsstoffe dienten für unsere Versuche: drei Proben Importmennige verschiedener Herstellungsmarken, eine Probe in der Sowjetunion hergestellter Mennige und zwei Proben Bleisuperoxyd, die wir weiterhin als A, B, C, D, E, F bezeichnen werden.

Für die ersten Versuche benutzten wir zwei Lösungen:

1. Salpetersäure (D 1,15);
2. eine gesättigte Oxalsäurelösung.

Für die zweite Serie von Versuchen nach der Oxalatmethode wurden dieselben Lösungen zunächst mit unmittelbar aus der Bombe entnommenem Kohlendioxid behandelt, um etwaige Fehler auszuschließen, die durch die Löslichkeit von CO_2 in der Reaktionsflüssigkeit bedingt sein könnten; dann wurde weiter verfahren wie bei Serie 1.

Es wurden Mennigemengen von 0,5–1 g angewendet. Für ihre Lösung reichten 10 *ccm* Salpetersäure und 15 *ccm* Oxalsäure völlig aus. Das Reaktionsgemisch betrug nur 25 *ccm*, konnte also als relativ kleines Volumen die Endergebnisse nicht wesentlich beeinflussen.

Die zu untersuchende Mennige wurde im Reagensglas gewogen, die Menge von etwa 1 g in den Reaktionsapparat geschüttet und das Reagensglas nochmals gewogen, sodass die Menge der reagierenden Substanz als Differenz zweier Wägungen bestimmt wurde.

Der Apparat zur Bestimmung des Volumens der ausgeschiedenen Kohlensäure¹⁾ bestand aus dem eigentlichen Apparat, in dem die Reaktion

diese Ztschrift. **52**, 358 (1913); C. Marchese, Gazz. chim. ital. **37**, II, 292 (1907); vergl. diese Ztschrift. **50**, 217 (1911); L. Moser, Chem. Ztg. **39**, 245 (1915); vergl. diese Ztschrift. **55**, 58 (1916); W. F. Edwards, Chem. Metallurg. Eng. **20**, 35 (1919); vergl. diese Ztschrift. **79**, 191 (1930); S. Glasstone, Journ. of Chem. Soc. (London) **119**, 1997 (1921); vergl. diese Ztschrift. **78**, 46 (1929); P. Beck, diese Ztschrift. **47**, 465 (1908); A. Chwála und H. Colle, Gazz. chim. ital. **40**, 551 (1911) u. diese Ztschrift. **50**, 209 (1911); J. Milbauer und B. Pivnička, diese Ztschrift. **53**, 345 (1914); A. V. Pamfilov, diese Ztschrift. **78**, 40 (1929); R. Fresenius, Anleitung zur quantitativen chemischen Analyse, 6. Aufl., II, S. 386 (1916) u. a.

¹⁾ Nach dem Prinzip des Apparates von Th. Zerewitinoff, diese Ztschrift. **50**, 684 (1911).

vor sich ging (Abb. 11), der durch einen dickwandigen Gummischlauch mit einem Messgerät für das ausgeschiedene Gas verbunden war. Das Reaktionsgefäß besteht, wie aus Abb. 11 ersichtlich, aus zwei Teilen: einem Kolben und einem Reitmairschen Aufsatz, die ineinander eingeschliffen sind. Die Dimensionen sind aus der Abbildung ersichtlich. Das Gasmessgerät ist kalibriert, mit Quecksilber gefüllt und mit einem Dreiweghahn versehen. Die Messbürette ist mit Wasser umgeben, dessen Temperatur während der Bestimmung gemessen wird.

Die am unteren Ende des Reaktionsgefäßes angebrachte kugelförmige Erweiterung ermöglicht ein müheloses Schütteln des Reaktionsgemisches zwecks völliger Auflösung der Mennige.

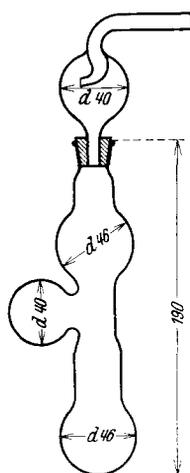


Abb. 11.

Die obere Kugel fungiert als Luftkühler. Der Reitmairsche Aufsatz dient zum Auffangen der kleinen Wasserteilchen, die in den oberen Teil des Apparates gelangen.

Der reine und trockene Apparat wurde auf Dichtigkeit geprüft, indem man Unter- und Überdruck in ihm erzeugte und sich von dem unveränderlichen Stand des Quecksilbers im Messgerät überzeigte. Dann brachte man 0,5–1 g Mennige in den Apparat und klemmte das Gerät in senkrechter Lage in ein Stativ. Nun wurden mit Hilfe eines kleinen Trichters 10 *ccm* Salpetersäure (D 1,15) in den Apparat gegeben. Danach wurde der Apparat in schräger Stellung befestigt; mit Hilfe eines gebogenen

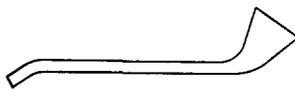


Abb. 12.

Trichters (Abb. 12) wurden 15 *ccm* gesättigte Oxalsäurelösung in die seitwärts angebrachte kugelförmige Erweiterung des Apparates eingeführt. Das Gefäß wurde mit dem Reitmairaufsatz verschlossen und in ein Wasserbad getaucht, dessen Temperatur die gleiche, wie die des mit dem Aufsatz verbundenen Messgerätes war.

Die Arbeit mit diesem Apparat geht folgendermaßen vor sich:

Nach Einstellung der Temperatur, wofür 7–8 Minuten ausreichen, wurde im Apparat Atmosphärendruck hergestellt und danach das Messrohr mit Quecksilber gefüllt.

Durch leichtes Drehen des Gerätes konnte der Inhalt der Seitenkugel in das eigentliche Gefäß gebracht werden. Dabei setzte eine energische Reaktion ein. Zu ihrem vollständigen Ablauf mussten wir den Inhalt des Apparates erwärmen, um eine völlige Auflösung zu erzielen. Nach beendeter Reaktion, sobald das Volumen des Gases sich nicht mehr vergrößerte, tauchten wir das Gefäß wieder in ein Wasserbad, bis zur Herstellung gleicher Temperaturen in allen Teilen der Apparatur.

Das Gasvolumen wurde bei gleichem Niveau der Quecksilbersäulen in den kommunizierenden Röhren des Messgerätes bestimmt.

Gleichzeitig mit der Bestimmung des Gasvolumens wurden Temperatur und Barometerstand festgestellt.

Das erhaltene Gasvolumen wurde auf 0° und 760 mm Druck umgerechnet und danach der Prozentgehalt von PbO₂ ermittelt. Die Ergebnisse dieser Bestimmungen sind aus Tab. 1 und 2 ersichtlich. Wie bereits erwähnt, setzten wir diese Versuche nicht fort, da die Ergebnisse nicht befriedigend waren.

Tabelle 1.

Mennige A.

Vers.- Nr.	Analyse mit Lösungen, die nicht mit Kohlendioxyd gesättigt waren			Analyse mit Lösungen, die mit Kohlendioxyd gesättigt waren		
	Gewicht <i>g</i>	CO ₂ bei 0° und 760 mm <i>ccm</i>	PbO ₂ %	Gewicht <i>g</i>	CO ₂ bei 0° und 760 mm <i>ccm</i>	PbO ₂ %
1	0,5162	25,1	25,95	1,0530	54,00	27,37
2	0,6546	31,05	25,32	1,3056	63,91	26,13
3	0,6740	32,0	25,34	0,9130	45,93	26,85
4	1,4396	70,21	26,03	1,2590	65,27	27,66

Tabelle 2.

Mennige B.

Mennige C.

Vers.- Nr.	Mit CO ₂ gesättigte Lösungen					
	Gewicht <i>g</i>	CO ₂ bei 0° und 760 mm <i>ccm</i>	PbO ₂ %	Gewicht <i>g</i>	CO ₂ bei 0° und 760 mm <i>ccm</i>	PbO ₂ %
1	1,3472	68,67	27,81	1,4486	72,26	26,62
2	1,0984	56,28	27,34	1,1360	57,53	26,41
3	1,4068	72,50	27,50	1,2112	60,82	25,80
4	1,4114	73,31	27,72	1,4148	71,66	27,03

Zur Erklärung der zu niedrigen Werte könnten folgende Fehlerquellen in Betracht kommen:

1. Ungenauigkeit in der experimentellen Durchführung.
2. Nicht vollständiges Reagieren.
3. Löslichkeit von CO₂ in Wasser.

Die erste Möglichkeit wurde von uns völlig ausgeschaltet. Das Ende der Reaktion konnte am Verschwinden der Kohlensäurebläschen

und am Auflösen selbst von Spuren des Bleioxyds und -dioxyds festgestellt werden.

Um den Einfluss der Auflösung gewisser Mengen Kohlendioxyd im Reaktionsgemisch zu beseitigen, stellten wir mit Salpetersäure- und Oxalsäurelösungen Versuche an, die unter der bei den PbO_2 -Bestimmungen benutzten Temperatur mit Kohlendioxyd gesättigt waren. Auf diese Weise ist es uns gelungen, den ermittelten Prozentgehalt von PbO_2 zu steigern, jedoch entsprachen die Ergebnisse immer noch nicht den wahren Werten. Es musste daher angenommen werden, dass ein gewisser geringer Teil des vierwertigen Bleies als $\text{Pb}(\text{C}_2\text{O}_4)_2$ durch Oxalsäure-Ionen gebunden wird und dass dadurch die unexakten, im Vergleich zu anderen Bestimmungsmethoden zu niedrigen Ergebnisse be- wirkt wurden.

Nach diesen Versuchen nahmen wir Versuche mit salpetersäuren Wasserstoffperoxydlösungen auf. Für unsere erste Lösung verbrauchten wir 0,1375 g KOH je *ccm* bei der Kontrolle des Säuregehaltes. $T_{\text{H}_2\text{O}_2} = 0,0097 \text{ g}$.

Bei der Bereitung der Peroxydlösung für die weiteren Versuche gingen wir folgendermaßen vor: 250 *ccm* konz. Salpetersäure wurden bis auf 500 *ccm* mit destilliertem Wasser verdünnt. In einem anderen Gefäß wurden zu 300 *ccm* destillierten Wassers 200 *ccm* 5%ige Wasserstoffperoxydlösung hinzugefügt. Beide Lösungen wurden zusammengegossen und reagierten wie die vorhergehende Lösung.

Diese Lösung wurde unmittelbar aus der Bombe mit gasförmigem Sauerstoff gesättigt unter Beibehaltung der für die Versuche notwendigen Temperatur. Dies geschah, um Fehlermöglichkeiten auszuschalten, die von der (geringen) Löslichkeit von Sauerstoff in Wasser herrühren und das Ergebnis herunterdrücken konnten.

Der Apparat wurde dabei folgendermaßen gehandhabt. In den Reaktionskolben wurde eine abgewogene Menge von 2,5—3 g Mennige geschüttet. Der Apparat wurde dann in wagerechter Haltung ins Stativ geklemmt. In die Seitenkugel wurden mit Hilfe des gebogenen Trichters 25 *ccm* salpetersaurer Wasserstoffperoxydlösung eingeführt. Dann wurde der Apparat verschlossen und mit dem Dreiweghahn des Messgerätes verbunden. Nach Einstellung gleichmäßiger Temperatur und von Atmosphärendruck wurde der Inhalt der Seitenkugel durch leichtes Drehen des Apparates in die senkrechte Stellung in den Hauptkolben übergeführt. Durch Schütteln des Gemisches wurde vollkommene chemische Auflösung erreicht. Dabei drängte das ausgeschiedene Gas allmählich das Quecksilber aus der kalibrierten Bürette hinaus.

Während des Verlaufs der Reaktion erhielten wir durch Senkung des Niveaurohrs ständig Atmosphärendruck im Apparat. Nach Einstellung gleicher Temperatur in allen Teilen des Gerätes wurde das Volumen des ausgeschiedenen Gases abgelesen.

Eine Erwärmung war nicht notwendig, obwohl bei den Versuchen mit Bleisuperoxyd E und mit Mennige D ungelöste Teilchen zurückblieben. Da sie aber auch beim Erwärmen ungelöst blieben, waren sie als unlösliche Beimengungen zu betrachten, die das Analyseergebnis nicht beeinflussten.

Vor jeder Analyse mussten grobkörnige Teilchen sorgfältig gepulvert werden.

Zahlenmäßig sind die Analysen in den folgenden Tabellen zusammengestellt.

Die Berechnungen wurden nach der Formel: $\% = \frac{V_{0,760}}{a} \cdot 1,0673$ vorgenommen.

Tabelle 3.

Mennige A.

Vers.-Nr.	Gewicht <i>g</i>	O ₂ bei 0° und 760 mm <i>ccm</i>	PbO ₂ %	Vers.-Nr.	Gewicht <i>g</i>	O ₂ bei 0° und 760 mm <i>ccm</i>	PbO ₂ %
1	3,2614	86,90	28,37	7	2,4340	64,17	28,14
2	2,5922	69,70	28,70	8	2,5992	68,70	28,21
3	3,0092	79,96	28,36	9	3,1078	83,34	28,62
4	2,9312	77,64	28,27	10	2,7192	72,10	28,30
5	2,7150	73,00	28,70	11	2,9038	77,50	28,47
6	3,0350	81,07	28,51				

Tabelle 4.

Mennige B.

Mennige C.

Vers.-Nr.	Gewicht <i>g</i>	O ₂ bei 0° und 760 mm <i>ccm</i>	PbO ₂ %	Gewicht <i>g</i>	O ₂ bei 0° und 760 mm <i>ccm</i>	PbO ₂ %
1	2,7232	74,15	29,06	2,8770	78,26	29,03
2	2,9000	78,61	28,93	3,4350	92,10	28,62
3	3,2222	87,58	29,01	3,5909	95,94	28,51
4	2,9250	80,54	29,39	3,5672	95,46	28,56
5	3,4018	93,51	29,34	2,7914	75,17	28,74
6	3,0076	81,70	28,99	2,6356	70,85	28,69
7	2,8034	76,46	29,11	3,1288	83,72	28,56

Tabelle 5.
Mennige D.

Vers.- Nr.	Gewicht <i>g</i>	O ₂ bei 0° und 760 mm <i>ccm</i>	PbO ₂ %	Vers.- Nr.	Gewicht <i>g</i>	O ₂ bei 0° und 760 mm <i>ccm</i>	PbO ₂ %
1	3,4046	82,81	25,96	5	3,1194	75,52	25,84
2	3,0236	73,63	25,99	6	2,9956	74,10	26,40
3	3,2328	79,45	26,23	7	2,8730	70,31	26,12
4	2,9038	70,98	26,09	8	2,9492	72,45	26,22

Tabelle 6.
Superoxyd E.

Vers.- Nr.	Gewicht <i>g</i>	O ₂ bei 0° und 760 mm <i>ccm</i>	PbO ₂ %	Vers.- Nr.	Gewicht <i>g</i>	O ₂ bei 0° und 760 mm <i>ccm</i>	PbO ₂ %
1	0,7642	64,52	90,11	7	0,9024	75,97	89,75
2	0,8262	69,25	89,46	8	0,8472	70,90	89,32
3	0,8970	76,07	90,51	9	0,7998	67,04	89,47
4	1,0014	84,46	90,04	10	0,9190	77,38	89,86
5	0,9038	76,18	89,96	11	0,9200	77,27	89,60
6	0,7932	66,80	89,88	12	0,8536	72,00	89,92

Tabelle 7.
Superoxyd F.

Vers.- Nr.	Gewicht <i>g</i>	O ₂ bei 0° und 760 mm <i>ccm</i>	PbO ₂ %	Vers.- Nr.	Gewicht <i>g</i>	O ₂ bei 0° und 760 mm <i>ccm</i>	PbO ₂ %
1	0,9272	79,49	91,50	6	0,9070	78,11	91,91
2	0,9346	80,66	92,11	7	0,8884	76,36	91,74
3	0,8978	76,71	91,19	8	0,9300	80,30	92,15
4	0,9402	80,47	91,35	9	0,9814	84,84	92,26
5	0,9095	78,22	91,80	10	0,8736	75,25	91,94

In Tab. 8 (S. 187) sind Angaben über die Analyse unserer Proben nach der Methode des amerikanischen Standard-Büros¹⁾ (etwas abgeänderte jodometrische Methode nach Diehl-Topf) zusammengestellt.

Diese Bestimmung wurde folgendermaßen durchgeführt. Eine mit einigen Tropfen Wasser angefeuchtete abgewogene Mennigeprobe wurde zu einer Paste verrieben, die frei von allen Klümpchen und Körnern war.

¹⁾ Circular of the Bureau of Standards N 30.

Dann wurde die Paste mit 30 g kristallisiertem Natriumacetat, 2,4 g Kaliumjodid, 10 ccm Wasser und 10 ccm 50%iger Essigsäure zusammengebracht. Das Gemisch wurde geschüttelt und mit einem Glasstab gemischt und gerieben, bis auch die letzten dunklen Teilchen nicht zersetzten Bleidioxyds verschwunden waren.

Nachdem völlige chemische Auflösung der PbO_2 -Teilchen erreicht war, wurden 30 ccm Wasser hinzugegeben, in dem vorher bis zu 10 g kristallisiertes Natriumacetat gelöst worden waren. Das dabei ausgeschiedene neutrale Jod wurde mit 0,1 n-Thiosulfatlösung titriert.

Tabelle 8.

Mennige A.				Mennige B.		
Vers.- Nr.	Gewicht <i>g</i>	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ - Lösung Verbrauch $k = 0,9843$ <i>ccm</i>	PbO_2 %	Gewicht <i>g</i>	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ - Lösung Verbrauch $k = 0,9843$ <i>ccm</i>	PbO_2 %
1	0,9819	23,3	27,94	1,2023	29,2	28,61
2	0,9171	21,7	27,86	1,2363	30,1	28,67
3	1,0420	24,8	28,02	0,9057	22,1	28,73
Mittelwert = 27,90%				Mittelwert = 28,67%		
Mennige C.				Mennige D.		
Vers.- Nr.	Gewicht <i>g</i>	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ - Lösung Verbrauch $k = 0,9843$ <i>ccm</i>	PbO_2 %	Gewicht <i>g</i>	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ - Lösung Verbrauch $k = 0,9843$ <i>ccm</i>	PbO_2 %
1	0,8395	20,0	28,05	1,0886	23,4	25,31
2	1,0289	24,6	28,15	1,1479	24,4	25,03
3	0,8983	21,25	27,85	0,9571	20,55	25,28
Mittelwert = 28,02%				Mittelwert = 25,40%		
Bleisuperoxyd E.				Bleisuperoxyd F.		
Vers.- Nr.	Gewicht <i>g</i>	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ - Lösung Verbrauch $k = 0,9843$ <i>ccm</i>	PbO_2 %	Gewicht <i>g</i>	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ - Lösung Verbrauch $k = 0,8943$ <i>ccm</i>	PbO_2 %
1	0,2549	19,2	88,68	0,3034	23,4	90,80
2	0,2999	22,55	88,53	0,3524	27,1	90,53
3	0,3211	24,05	88,18	0,2722	20,9	90,41
Mittelwert = 88,46%				Mittelwert = 90,58%		

Schlussfolgerungen.

1. Die von uns ausgearbeitete Methode zur Bestimmung des Bleidioxyds in Mennige und Bleisuperoxyd ist völlig befriedigend und kann den analytischen Laboratorien empfohlen werden, die sich mit der Analyse der genannten Produkte befassen.

2. Sie ist schneller ausführbar als jede andere Methode.

3. Die Genauigkeit der Bestimmung steht in nichts der der üblichen Bestimmungsmethoden nach. Zieht man in Betracht, dass unsere Werte etwas höher liegen als die mit Hilfe der Methode des amerikanischen Standard-Büros erzielten, so erklärt sich das leicht auf Grund des in der Literatur enthaltenen Hinweises darauf, dass die amerikanischen Werte etwas niedriger sind als der wirkliche Gehalt.

4. Die Bestimmungen nach unserer Methode können von wenig geschultem technischen Personal durchgeführt werden.

5. Die Methode erfordert keine kostspieligen Reagenzien.

6. Diese Bestimmungsmethodik kann auf eine Reihe anderer Produkte ausgedehnt werden.

Die Arbeiten in dieser Richtung werden fortgesetzt.

Moskau, den 15. Februar 1933.

Zur Frage der polarimetrischen Bestimmung des Nicotins im Tabak und Tabakrauch¹⁾.

Von

Ernst Toole (Griechenland).

Aus dem medizinisch-chemischen Institut der Universität Debrecen (Ungarn).
Direktor: Prof. J. Bodnár.

[Eingegangen am 10. April 1933.]

Nach den Ergebnissen von M. Popovici²⁾, J. v. Degrazia³⁾ und W. König⁴⁾ ist die polarimetrische Bestimmung des Nicotins hinreichend genau, um neben den anderen quantitativen Verfahren angewendet zu werden. Neuerdings haben B. Pfyl und Ottilie Schmitt⁵⁾ Bedenken

¹⁾ Die in dieser Mitteilung veröffentlichten Untersuchungen wurden im Jahre 1931 durchgeführt.

²⁾ Ztschrft. f. physiol. Chem. **13**, 445 (1889); Chem. Ztg. **13**, 1030 (1889); vergl. diese Ztschrft. **29**, 210 (1890).

³⁾ Fachliche Mitt. d. österr. Tabakregie Heft 3, 87 (1910); Heft 4, 149 (1914); vergl. diese Ztschrft. **55**, 89 (1916).

⁴⁾ Chem. Ztg. **35**, 521 (1911); vergl. diese Ztschrft. **55**, 120 (1916).

⁵⁾ Ztschrft. f. Unters. d. Lebensm. **54**, 60 (1927); vergl. diese Ztschrft. **73**, 476 (1928).