

- |   |   |
|---|---|
| 2. 25,01 <i>ccm</i> Lösung A in $\frac{1}{2}$ l Wasser<br>mit 24,92 <i>ccm</i> Lösung C<br>3. 25,01 <i>ccm</i> Lösung A in $\frac{1}{2}$ l Wasser<br>mit 24,87 <i>ccm</i> Lösung C<br>4. 25,01 <i>ccm</i> Lösung A in $\frac{1}{2}$ l Wasser<br>mit 24,85 <i>ccm</i> Lösung C | } zeigten Überschuss<br>von<br>Baryum an. |
|---|---|

5. 25,01 *ccm* Lösung A in  $\frac{1}{2}$  l Wasser mit 24,80 *ccm* Lösung C ergaben weder mit Schwefelsäure noch mit  $\text{Ba Cl}_2$  eine merkliche Trübung. Der theoretisch berechnete Wert ist 24,796 *ccm* von Lösung C. Bei weiteren Kontrolltitrationen zwischen 24,78 und 24,84 blieb das Ergebnis dasselbe. Als Mittel ergibt sich somit etwa 24,81 *ccm* statt theoretisch 24,796. Prüft man die Reagensröhrchen mit den Proben gegen einen mattschwarzen Hintergrund und lässt man zugleich aus einer schwarz verhüllten Lichtquelle einen grellen Lichtstrahl einfallen, so macht ein Tyndallkegel selbst die kleinsten Trübungen erkennbar.

## Über eine empfindliche Form der Liebenschen Jodoformreaktion<sup>1)</sup>.

Von

**Rudolf Kunz.**

(Mitteilung aus der staatl. Untersuchungsanstalt für Lebensmittel in Wien).

Eine sehr empfindliche, rasch und sicher eintretende Jodoformreaktion lässt sich in folgender Weise ausführen.

10 *ccm* der zu prüfenden Flüssigkeit werden in einem Versuchsröhrchen nach Zusatz von 1,5—2 *ccm* Natronlauge (1 : 10), etwa 0,15 *g* Jodkalium und 0,2 *g* Kaliumpersulfat auf 50—60° C erwärmt.

Enthalten 10 *ccm* der Versuchsflüssigkeit ein Tröpfchen Alkohol, so entsteht in der erwärmten Flüssigkeit schon nach einer Minute ein Jodoformniederschlag von schöner rein gelber Farbe, der bei weiterem Erwärmen in kurzer Zeit noch wesentlich zunimmt.

Wird der Versuch mit 10 *ccm* einer wässrigen Flüssigkeit vorgenommen, die in 50 *ccm* ein Tröpfchen Alkohol enthält, so zeigt sich nach 5 Minuten ein deutlicher, mit der Zeit zunehmender Niederschlag.

10 *ccm* einer Verdünnung von einem Tröpfchen Alkohol in 100 *ccm* Wasser lassen nach 10 Minuten eine Jodoformtrübung erkennen.

<sup>1)</sup> Vergl. diese Ztschrift. 9, 265 (1870).

Tritt in stärker verdünnten wässrigen Lösungen von Alkohol die Liebensche Jodoformreaktion in der ursprünglichen üblichen Ausführungsform nach 5 oder 10 Minuten noch nicht auf, so kann sie in kurzer Zeit zur Erscheinung gebracht werden, wenn der auf 50—60° C erwärmten Versuchsflüssigkeit Jodkalium und Kaliumpersulfat in der oben angegebenen Menge zugesetzt wird.

Als Erklärung für diese Reaktion ist anzunehmen, dass bei Gegenwart von Jodkalium und Kaliumpersulfat in alkalischer Lösung die Bildung von unterjodiger Säure sehr rasch erfolgt und überdies die Jodoformbildung durch die oxydierende Wirkung des Persulfates auf den Alkohol gefördert wird.

Die Reaktion tritt in allen von Lieben angegebenen Fällen ein und empfiehlt sich wegen ihres raschen und verlässlichen Eintretens besonders als Vorlesungsversuch.

## Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie.

### I. Allgemeine analytische Methoden, analytische Operationen, Apparate und Reagenzien.

Über die Titrierung des Chlors nach Mohr bei Gegenwart von Kieselsäure hat G. Bruhns<sup>1)</sup> Studien angestellt. Er wollte die Frage entscheiden, ob die vielfach verbreitete Meinung, die Kieselsäure verbände sich mit dem Silber und störe deshalb die Chlorbestimmung, richtig ist. Er neutralisierte Wasserglaslösungen verschiedener Verdünnung teils ohne, teils unter Zusatz wechselnder Mengen von Natriumchloridlösung, neutralisierte mit Salpetersäure unter Zusatz von Phenolphthalein, verdünnte auf ein bestimmtes Volumen, schüttelte, wenn sich Kieselsäure gallertartig ausgeschieden hatte, pipettierte einen entsprechenden Anteil ab und titrierte nach Zufügen von Kaliumchromat mit Silbernitrat. Er konnte in keinem Fall eine störende Wirkung der Kieselsäure wahrnehmen.

Demnach ist die Mohrsche Methode zur Bestimmung des Chlors z. B. in Kieselsäure enthaltenden Waschmitteln ohne Fehler ausführbar.

W. Fresenius.

**Trocknen von Gasen.** Vergleichende Versuche über die Wirksamkeit verschiedener Trockenmittel haben Mary V. Dover und J. W. Marden<sup>2)</sup> angestellt. Sie liessen Luft, die Wasserdampf enthielt,

<sup>1)</sup> Ztschrft. f. angew. Chem. **31**, I, 156 (1918). — <sup>2)</sup> Journ. Americ. Chem. Soc. **39**, 1609 (1917); durch Chem. Zentrbl. **89**, I, 769 (1918).