

Bestimmungsmethoden:

No.	I.	II.
	Jodometrische Methode	Fremde unbekannte Methode (Kaufanalysen)
	%	%
9. Cu	0,198	0,185
10. "	0,220	0,205
11. "	0,220	0,222
12. "	0,205	0,160
13. "	0,180	0,193
14. "	0,165	0,168
15. "	0,220	0,210

c) Metallanalyse (Feuerbüchsenblech).

No.	% Cu	% As	% O	Zusammen
1.	98,83	0,82	0,18	99,83
2.	98,73	0,92	0,11	99,76
3.	99,03	0,77	0,10	99,90
4.	98,91	0,82	0,15	99,88
5.	99,02	0,68	0,08	99,78
6.	98,91	0,79	0,11	99,81
7.	98,95	0,79	0,15	99,89
8.	99,03	0,80	0,10	99,93
9.	99,11	0,61	0,07	99,79

Helsingborg.

Über die Bestimmung der Salpetersäure mit Nitron.

Von

C. Paal und August Ganghofer.

(Mitteilung aus dem pharmazeutisch-chemischen Institut der Universität Erlangen.)

In einer in dieser Zeitschrift kürzlich erschienen Mitteilung von A. Hes: »Über die gewichtsanalytische Bestimmung der Salpetersäure«¹⁾ wird unter anderem über Versuche berichtet, durch welche der Einfluss eines Zusatzes von Dextrin, Pepton und Gelatine zu Nitratlösungen auf das analytische Ergebnis der mittels Nitrons bestimmten Salpetersäure festgestellt werden sollte.

¹⁾ Diese Zeitschrift 48, 81.

Während ein Zusatz von 0,5 % Pepton zur Nitratlösung nach A. Hes die Genauigkeit der Nitronmethode nicht beeinträchtigt, wurden bei Zusatz von 2 % Dextrin um 5,15 %, bei Gegenwart von 0,5 % Gelatine um 34,29 % und in 0,25-prozentiger Gelatinelösung um 7,66 % Salpetersäure zu wenig gefunden (siehe Tabelle III, No. 30—33, l. c.). Auf Grund dieser ungünstigen Analysenresultate glaubt A. Hes eine Nachprüfung der von dem Einen von uns und G. Mehrrens angegebenen Methode zur Bestimmung des Salpeters in Fleisch mittels Nitrons¹⁾ empfehlen zu müssen.

Für den Einen von uns lag keine Veranlassung vor, diese Arbeit einer Revision zu unterziehen, da er seine Untersuchungen erst dann zu veröffentlichen pflegt, wenn sie so weit durchgearbeitet sind, dass sie einer sachgemäßen Nachprüfung standhalten.

Dass die elegante Nitronmethode von M. Busch sich nicht nur zur Bestimmung von Nitraten in Fleisch, sondern auch in anderen, komplizierten Substanzgemischen, welche alle möglichen organischen Extraktivstoffe enthalten, eignet, zeigt die vor 2 Jahren erschienene Untersuchung von J. Litzendorff²⁾: *Über die Verwendung des Nitrons zur Bestimmung der Salpetersäure in Böden und Pflanzen.*

Ferner hat E. Löhmann³⁾ kürzlich mitgeteilt, dass sich Nitrate und Nitrite auch in Bakterienkulturflüssigkeiten, welche ebenfalls reichlich organische Substanzen der verschiedensten Art enthalten, mittels Nitrons genau bestimmen lassen.

Aus den ungünstigen Resultaten, welche A. Hes bei der Bestimmung von Nitraten in Dextrin- und Gelatinelösungen erhalten hat, zu folgern, dass die Nitronmethode auch bei der Nitratbestimmung in Fleisch keine zuverlässigen Resultate liefern dürfte, erscheint aus zwei Gründen ungerechtfertigt.

Erstens übersieht Hes, dass Paal und Mehrrens selbst schon darauf aufmerksam gemacht haben, dass in heissen, wässerigen Fleischauszügen vorhandene Nitrate nicht ohne weiteres genau bestimmbar sind, sondern dass dem Nitronzusatz eine Reinigung mit neutralem

1) Zeitschrift f. Untersuchung d. Nahrungs- u. Genussmittel **12**, 410.

2) Zeitschrift f. angew. Chemie **20**, 2209.

3) Chemiker-Zeitung 1909, No. 12. S. 104.

Bleiazetat voranzugehen hat, durch welches Chlorionen und Kolloid-Substanzen grösstenteils entfernt werden, und dass hierzu basisches Bleiazetat nicht geeignet ist; zweitens, dass Paal und Mehrrens, der Vorschrift von Busch entsprechend, die Nitronnitrat-Ausscheidung in Neubauer- oder Gooch-Tiegeln abfiltriert und ausgewaschen haben, während Hes für seine Nitrat-Bestimmungen Papierfilter verwendet, auf deren Unbrauchbarkeit für diesen Zweck schon A. Gutbier¹⁾ kürzlich hingewiesen hat.

Da es nicht ausgeschlossen erschien, dass bei genauer Einhaltung der von M. Busch gegebenen Vorschrift und unter Berücksichtigung der von Paal und Mehrrens bei der Nitratbestimmung in Fleisch gemachten Erfahrungen sich auch bei Anwesenheit von Kolloiden wie Dextrin, Peptone, Gelatine u. s. w. Nitrate mittels Nitrons mit hinreichender Genauigkeit bestimmen lassen würden, so haben wir die Versuche von A. Hes einer Nachprüfung unterzogen, über deren Ergebnis wir nachfolgend berichten. Neben nitrathaltigen Dextrin-, Pepton- und Gelatine-Lösungen wurde auch ein nitrathaltiger, kalt bereiteter, wässriger Fleischauszug untersucht.

I. Zusatz von Dextrin.

Für unsere Versuche verwendeten wir wie A. Hes eine Lösung, welche genau 17,5 g Kaliumnitrat im Liter Wasser enthielt. Davon wurden für die Analysen je 10 *ccm* = 0,175 g KNO_3 mit der betreffenden Dextrin-, Pepton- oder Gelatine-Lösung vermischt und das Volumen auf 100 *ccm* ergänzt. Der der angewandten KNO_3 -Menge entsprechende Gehalt an HNO_3 war = 62,29 %. Unseren Lösungen setzten wir je 0,5 g und 2 g Dextrin zu. Zu den heissen Lösungen gaben wir nach Vorschrift 10 *ccm* der 10-prozentigen Nitronlösung in 5-prozentiger Essigsäure. Das Nitronnitrat wurde nach seiner vollständigen Abscheidung im Gooch-Tiegel gesammelt und mit 10 *ccm* Eiswasser ausgewaschen. Da das Dextrin zu den Kolloiden gehört, und bekanntlich die Kristallisation im kolloidalen Medium verzögert wird, so haben wir wie A. Hes die mit Nitronazetat versetzten Lösungen längere Zeit (16 Stunden) sich selbst überlassen.

¹⁾ Chemiker-Zeitung 1909, No. 18, S. 158.

Wie aus der Tabelle ersichtlich, ergaben unsere Bestimmungen ein durchaus befriedigendes Resultat.

Tabelle I.

No.	KNO ₃ in g	Volumen der Lösung ccm	Nitronnitrat in Grammen			KNO ₃ in Grammen		HNO ₃ in Prozenten			Dauer d. Ruhe in Stunden	Dextrin-Zusatz g
			Ge- funden	Be- rechnet	Diffe- renz	Ge- funden	Diffe- renz	Be- rechnet	Ge- funden	Diffe- renz		
1	0,175	100	0,650	0,6488	+ 0,0012	0,1754	+ 0,0004	62,29	62,40	+ 0,11	4	—
2	0,175	100	0,645	0,6488	— 0,0038	0,174	— 0,001	62,29	61,91	— 0,38	16	0,5
3	0,175	100	0,6443	0,6488	— 0,0045	0,1738	— 0,0012	62,29	61,85	— 0,44	16	0,5
4	0,175	100	0,6448	0,6488	— 0,004	0,1739	— 0,0011	61,90	62,29	— 0,39	16	2
5	0,175	100	0,6456	0,6488	— 0,0032	0,174	— 0,001	61,93	62,29	— 0,36	16	2

Das ausgeschiedene Nitronnitrat bestand nicht aus den charakteristischen, feinen, weissen Nadeln, sondern bildete derbe, weisse, an der Glaswandung haftende Prismen, was jedenfalls mit der im kolloidalen Medium langsamer vor sich gehenden Kristallisation zusammenhängt. Das Nitronnitrat des Versuchs No. 1, ohne Dextrinzusatz, zeigte dagegen die charakteristischen Formen.

II. Zusatz von Pepton.

Für unsere Versuche kamen Pepton Witte und in einem Fall ein nach Adamkiewicz dargestelltes Handelspepton zur Verwendung. Bekanntlich bestehen die Peptone des Handels nur zum kleinsten Teil aus echten, durch Ammonsulfat und Zinksulfat nicht fällbaren Peptonen. Der Hauptmenge nach enthalten sie die höher molekularen, zum Teil noch kolloidalen Proteosen. Während A. Hes bei der Analyse seiner peptonhaltigen KNO₃-Lösung ein recht genaues Resultat erzielte, wobei allerdings zu berücksichtigen ist, dass seine Lösung auf 50 ccm nur 0,1 g Pepton enthielt, führten unsere in der folgenden Tabelle verzeichneten Analysen von Lösungen, die sämtlich mit 0,5 % Pepton versetzt waren, nur bei Einhaltung bestimmter Versuchsbedingungen zu befriedigenden Ergebnissen.

Tabelle II.

No.	KNO ₃ in g	Volumen der Lösung ccm	Nitronnitrat in Grammen			KNO ₃ in Grammen			HNO ₃ in Prozenten			Dauer d. Ruhe in Stunden	Pepton- Zusatz g
			Ge- funden	Be- rechnet	Diffe- renz	Ge- funden	Diffe- renz	Ge- funden	Be- rechnet	Diffe- renz			
1	0,175	100	0,6724	0,6488	+ 0,0236	0,1818	+ 0,0063	64,53	62,29	+ 2,24	16	0,5	
2	0,175	100	0,6792	0,6488	+ 0,0304	0,1832	+ 0,0082	65,20	62,29	+ 2,91	16	0,5	
3	0,175	100	0,6022	0,6488	- 0,0466	0,1623	- 0,0127	57,76	62,29	- 4,53	16	0,5	
4	0,175	100	0,6012	0,6488	- 0,0476	0,1621	- 0,0129	57,69	62,29	- 4,60	16	0,5	
5	0,175	100	0,6653	0,6488	+ 0,0165	0,1796	+ 0,0046	63,89	62,29	+ 1,60	16	0,5	
6	0,175	100	0,6622	0,6488	+ 0,0134	0,1785	+ 0,0035	63,59	62,29	+ 1,30	16	0,5	
7	0,175	150	0,624	0,6488	- 0,0248	0,1683	- 0,0067	59,90	62,29	- 2,39	16	0,5	
8	0,175	150	0,6212	0,6488	- 0,0276	0,1675	- 0,0075	59,65	62,29	- 2,64	16	0,5	
9	0,175	100	0,6476	0,6488	- 0,0011	0,1746	- 0,0004	62,17	62,29	- 0,12	16	0,5	
10	0,175	100	0,6481	0,6488	- 0,0007	0,1748	- 0,0002	62,22	62,29	- 0,07	16	0,5	

20 Tropfen H₂SO₄.25 Tropfen H₂SO₄.

A. Hes nahm bei seinem Peptonversuch nach sechsständigem Stehen die Filtration des Nitronnitrats vor. Wir liessen bei unseren Versuchen die mit dem Fällungsmittel versetzten Lösungen 16 Stunden stehen. Bei Versuch 1 kam ein von Merck bezogenes, nach Adamkiewicz dargestelltes Handelspepton in Anwendung, bei allen übrigen Versuchen Pepton Witte. Die Analysen 1 und 2 ergaben ein etwas zu hohes Resultat. Das Nitronnitrat hatte sich in beiden Fällen als mikrokristallinisches, bräunlichgelbes, mattes Pulver abgesetzt.

Um den störenden Einfluss des Peptons zu beseitigen, wurden bei den Versuchen No. 3 und 4, da neutrales Bleiazetat das Pepton nicht fällte, die heissen Lösungen vor dem Nitronzusatz tropfenweise mit basischem Bleiazetat versetzt, so lange noch Fällung stattfand, wozu 1,5—2 *ccm* Bleiessig erforderlich waren. Um das Volumen von 100 *ccm* nicht zu überschreiten, gingen wir bei den Versuchen 3, 4, 5 und 6 von je 10 *ccm* der ursprünglichen Kaliumnitratlösung = 0,175 *g* KNO_3 aus, gaben je 0,5 *g* Pepton zu, verdünnten auf 60—70 *ccm* und versetzten dann die heissen Lösungen mit den betreffenden Fällungsmitteln. Filtrate und Waschwasser wurden vereinigt und dann durch destilliertes Wasser vor dem Nitronzusatz auf 100 *ccm* ergänzt. Wie aus der Tabelle hervorgeht, wurde in den Versuchen 3 und 4 zu wenig Nitrat gefunden, in Übereinstimmung mit den Befunden von Paal und Mehrrens (*loc. cit.*), welche bei Behandlung der heissen, nitrathaltigen Fleischauszüge mit basischem Bleiazetat ebenfalls zu niedrige Resultate erhielten.

Das aus der peptonhaltigen Nitratlösung nach Behandlung mit Bleiessig resultierende Nitronnitrat bildete hellgelbe, derbe, an den Wänden des Becherglases haftende Kriställchen.

Bei den Analysen No. 5 und 6 versuchten wir, das Pepton durch Formaldehyd als unlösliches Kondensationsprodukt zu entfernen. Zu diesem Zwecke wurden die kalten, auf 60—70 *ccm* verdünnten, peptonhaltigen KNO_3 -Lösungen mit 1 *ccm* der käuflichen, zirka 40-prozentigen Formaldehydlösung versetzt und 3—4 Stunden sich selbst überlassen. Es entstand eine mit der Zeit zunehmende Trübung. Dann wurde auf dem Wasserbade erwärmt, wobei die die Trübung verursachenden Ausscheidungen zu einer gelben, zähen, am Becherglase und am Glasstabe haftenden Masse zusammenbackten. Nach 3—4-stündigem Erwärmen hatte sich die Lösung geklärt, worauf filtriert wurde. Die am Becherglase und Glasstab haftenden Ausscheidungen wurden mit heissem Wasser ausgewaschen, das Filtrat auf 100 *ccm* gebracht und

die Nitratfällung vorgenommen. Diese Methode ergab ein etwas zu hohes Resultat, doch sind die Fehler nicht beträchtlich, und das Verfahren wäre für praktische Zwecke hinreichend genau.

In den beiden Versuchen No. 7 und 8 benutzten wir als Fällungsmittel für das in den Lösungen enthaltene Pepton Tannin, welches bekanntlich mit den Proteosen fast unlösliche Salze bildet, während die echten, aber in den Handelspeptonen, wie schon erwähnt, nur in sehr geringen Mengen vorhandenen Peptone dadurch nur unvollständig gefällt werden. Da aber Tannin mit Nitron ebenfalls ein unlösliches Salz liefert, wurde der Tanninüberschuss vor dem Nitronzusatz durch neutrales Bleiazetat gefällt. Die 0,175 g KNO_3 enthaltenden Stammlösungen wurden auf 100 *ccm* verdünnt, das Pepton zugegeben und heiss tropfenweise mit einer 10-prozentigen Tanninlösung versetzt, wobei sich die Flüssigkeit unter Abscheidung amorpher Flocken trübte. Wenn die Trübung und Fällung nicht mehr zunimmt (nach 2—3 *ccm* Tanninlösung), gibt man, ohne zu filtrieren, tropfenweise neutrales Bleiazetat zu. Nach hinreichendem Zusatz des Fällungsmittels setzt sich der Niederschlag flockig und gut filtrierbar ab. Filter samt Rückstand wurden zweimal mit 15—20 *ccm* Wasser ausgekocht, die Filtrate vereinigt und auf 150 *ccm* verdünnt. Das Nitronnitrat schied sich in den charakteristischen, feinen, weissen Nadeln ab. Die Resultate waren aber, wie die Tabelle zeigt, zu niedrig. Es wurden 6,7 beziehungsweise 7,5 *mg* KNO_3 zu wenig gefunden. .

Schliesslich haben wir versucht, die bei den Analysen 1—8 sich ergebenden Fehlerquellen dadurch zu vermeiden, dass wir in schwefelsaurer Lösung arbeiteten. Schon M. Busch hat darauf hingewiesen, dass sich in gewissen Fällen ein Zusatz von Schwefelsäure vorteilhaft erweist, und dass zum Beispiel das Mitausfallen von Nitronsalzen gewisser organischer Säuren durch einen Schwefelsäurezusatz vermieden wird. In den beiden letzten Versuchen der Tabelle II wurden zu den Kaliumnitrat-Peptonlösungen auf je 100 *ccm* Flüssigkeit bei No. 9 20 und bei No. 10 25 Tropfen konzentrierte Schwefelsäure, die mit etwas Wasser verdünnt waren, zugegeben und dann die Nitronfällung in bekannter Weise vorgenommen. Die so erhaltenen Nitronnitratfällungen waren rein weiss und quantitativ.

Aus den vorstehenden Analysen 1—8 geht hervor, dass in Nitratlösungen, die 0,5 % Pepton enthalten, je nach den Versuchsbedingungen die Salpetersäure-Bestimmung mit Nitron entweder zu niedriger oder etwas

zu hohe Werte ergibt. Durch Zusatz einer hinreichenden Menge Schwefelsäure lassen sich aber, wie die Versuche No. 9 und 10 lehren, Nitrate auch in Gegenwart von Peptonen, beziehungsweise Proteosen, mit grösster Genauigkeit bestimmen. Das von Paal und Mehrrens ausgearbeitete Verfahren zur Bestimmung des Salpeters in Fleisch wird jedoch durch vorstehendes Ergebnis nicht berührt, da bekanntlich Albumosen und Peptone in Fleisch, auch nach längerer Aufbewahrung, nur in sehr geringen Mengen vorhanden sind.

III. Zusatz von Gelatine.

Wie schon Eingang erwähnt, erzielte A Hes bei Salpeter-Bestimmungen in $\frac{1}{4}$ - und $\frac{1}{2}$ -prozentigen Gelatinelösungen mittels Nitrons viel zu niedrige Werte, obwohl er die mit Nitron versetzten Lösungen behufs möglichst vollständiger Abscheidung des Nitronnitrats 72 Stunden stehen liess.

Wie aus der nachstehenden Tabelle ersichtlich ist, erhielten wir bei unseren, in der üblichen Weise ausgeführten Analysen unter Anwendung von 0,5 g Gelatine auf 100 ccm der 0,175 g KNO_3 enthaltenden Lösungen sehr genaue Resultate, obwohl wir nach dem Nitronzusatz für die Abscheidung des Nitronnitrats in einem Versuch nur 4 Stunden, in den anderen 16 Stunden Zeit liessen.

Tabelle III.

No.	in KNO_3 g	Volumen der Lösung ccm	Nitronnitrat in Grammen			KNO_3 in Grammen		HNO_3 in Prozenten			Dauer d. Ruhe in Stunden	Gelatine-Zusatz g
			Ge- funden	Be- rechnet	Diffe- renz	Ge- funden	Diffe- renz	Ge- funden	Be- rechnet	Diffe- renz		
1	0,175	100	0,6441	0,6488	- 0,0047	0,1737	- 0,0013	61,88	62,29	- 0,45	4	0,5
2	0,175	100	0,6481	0,6488	- 0,0007	0,1748	- 0,0002	62,23	62,29	- 0,06	16	0,5
3	0,175	100	0,649	0,6488	+ 0,0002	0,17506	+ 0,00006	62,30	62,29	+ 0,01	16	0,5
4	0,175	100	0,6486	0,6488	- 0,0002	0,17494	- 0,00006	62,28	62,29	- 0,01	16	0,5
5	0,175	100	0,6596	0,6488	+ 0,0108	0,1779	+ 0,0029	63,49	62,29	+ 1,2	48	1,0
6	0,175	150	0,6429	0,6488	- 0,0059	0,1734	- 0,0016	61,74	62,29	- 0,55	16	0,5
7	0,175	150	0,6358	0,6488	- 0,013	0,1715	0,0037	61,06	62,29	- 1,23	16	1,0
8	0,175	150	0,6351	0,6488	- 0,0137	0,1712	- 0,0038	60,99	62,29	1,30	16	1,0
9	0,175	190	0,6298	0,6488	- 0,019	0,1698	- 0,0052	60,46	62,29	- 1,83	16	2,0

Aus Versuch 1, bei welchem 1,3 mg KNO_3 zu wenig gefunden wurde, lässt sich schliessen, dass bei gelatinehaltigen Nitratlösungen

die Zeit von 4 Stunden für die vollständige Abscheidung des Nitronitrats etwas zu kurz bemessen ist, denn die folgenden Analysen No. 2, 3 und 4, bei denen 16 Stunden unter sonst gleichen Bedingungen zwischen Fällung und Filtration verstrichen, ergaben Resultate, wie sie besser überhaupt nicht sein können. Die Nitronitratausscheidung bestand in den Versuchen 1 bis 4 aus derben, kurzen, weissen Nadeln, die zum Teil an den Glaswandungen auskristallisiert waren. Bei Anwendung von 1 g Gelatine auf 100 ccm der Nitratlösung war die Flüssigkeit in der Kälte etwas gelatinös (Versuch No. 5). Die Nitronitrat-Fällung besass die vorstehend angegebenen Eigenschaften, liess sich aber infolge der Konsistenz der Lösung nur langsam absaugen. Das Analysenresultat ist etwas zu hoch (+ 2,9 mg KNO_3).

Bei den nachfolgenden Versuchen 6—9 wurde vor der Fällung mit Nitron die Gelatine durch Tannin abgeschieden und der Tanninüberschuss durch neutrales Bleiazetat beseitigt. Wir verfahren dabei in der bei den Peptonversuchen angegebenen Art (Tabelle II, No. 7 und 8). Das aus der heissen Lösung ausfallende Gelatinetannat ballt sich zu einer bräunlichgelben, guttaperchaähnlichen Masse zusammen, die mit heissem Wasser ausgewaschen wurde. Ein Teil davon bleibt jedoch als Trübung in der Flüssigkeit suspendiert und wird erst durch Bleiazetat mit dem überschüssigen Tannin als gut filtrierbare, käsige flockige Masse abgeschieden. Die Papierfilter samt Inhalt wurden zweimal mit Wasser ausgekocht und die vereinigten Filtrate mit destilliertem Wasser auf 150 ccm ergänzt. Bei Versuch 9, in welchem 2 g Gelatine zugesetzt wurden, mussten die Fällungen mit grösseren Mengen Wassers behandelt werden, dem entsprechend betrug das Flüssigkeitsvolumen vor der Fällung mit Nitron 190 ccm. Die Nitronitratausscheidungen stellten weisse, derbe, prismatische Kriställchen dar. Aus den angeführten Analysen geht hervor, dass Nitratbestimmungen nach der Nitronmethode in Lösungen, die bis 0,5 % Gelatine enthalten, ohne weiteres genaue Resultate liefern. Bei Lösungen mit 1 % Gelatine wird etwas zu viel Nitrat gefunden. Entfernt man dagegen vor der Nitronfällung die Gelatine mit Tannin, so ergeben sich etwas zu niedrige Resultate. Aber selbst bei einem Gehalt von 2 % Gelatine — derartige Flüssigkeiten sind schon ausgesprochen gelatinös — erhält man nach vorhergehender Fällung der Gelatine noch analytische Werte, welche für die meisten praktischen Zwecke hinreichende Genauigkeit besitzen.

IV. Nitratbestimmung in kalt bereitetem, wässerigem Fleischauszug.

Zur Bestimmung des Salpeters in Fleisch wird dieses nach Paal und Mehrrens (l. c.) mehrmals mit Wasser ausgekocht, so dass die genuinen Eiweisskörper in Folge der in der Hitze eintretenden Koagulation nicht in die Extrakte gelangen können. Wir haben nun auch einen kalt bereiteten Fleischauszug mit Kaliumnitrat versetzt und die Nitratbestimmung mittels Nitrons vorgenommen. Den Fleischauszug stellten wir uns durch wiederholtes Digerieren von 50 g fein gehacktem Fleisch mit kaltem, destilliertem Wasser her. Die vereinigten filtrierten Auszüge wurden auf 1 l verdünnt. Für die Nitratbestimmungen wurden je 100 ccm der Fleischlösung mit je 10 ccm der Kaliumnitratlösung (= 0,175 g KNO_3) gemischt. Die Versuchsergebnisse sind in der folgenden Tabelle zusammengestellt.

Tabelle IV.

No.	KNO ₃ in g	Volumen der Lösung ccm	Nitronnitrat in Grammen			KNO ₃ in Grammen		HNO ₃ in Prozenten			Dauer d. Ruhe in Stunden	Volumen d. Fleischlösg. ccm
			Ge-funden	Be-rechnet	Diffe-renz	Ge-funden	Diffe-renz	Ge-funden	Be-rechnet	Diffe-renz		
1	0,175	150	0,6494	0,6488	+ 0,0006	0,1751	+ 0,0001	62,32	62,29	+ 0,03	16	100
2	0,175	150	0,6485	0,6488	- 0,0003	0,17495	- 0,00005	62,275	62,29	- 0,015	16	100
3	0,175	150	0,6037	0,6488	- 0,0451	0,1628	- 0,0122	57,94	62,29	- 4,35	16	100

In den Versuchen No. 1 und 2 wurden die nitrathaltigen Fleischauszüge aufgekocht und, ohne zu filtrieren, zur heissen Flüssigkeit tropfenweise neutrales Bleiazetat zugefügt, bis keine Fällung mehr erfolgte, wozu 2 ccm erforderlich waren. Dann wurde filtriert, die Filter samt Inhalt zweimal mit Wasser ausgekocht und die vereinigten Filtrate auf 150 ccm gebracht. Nach Zusatz der essigsäuren Nitronlösung liessen wir 16 Stunden stehen. Das Nitronnitrat schied sich in derben, weissen Nadeln aus und liess sich leicht filtrieren und auswaschen. Die beiden Nitratbestimmungen ergaben ausserordentlich genaue Resultate. Bei Versuch 3 verwendeten wir einen Fleischauszug, der längere Zeit gestanden hatte und anfang, in alkalische Fäulnis überzugehen. Die Fällung mit neutralem Bleiazetat fand diesmal, im Gegensatz zu den beiden anderen Analysen, in der Kälte statt. Es entstand auf Zusatz von 2 ccm des Azetats nur eine schwache Trübung. Dann wurde auf-

gekocht, der nun reichlich ausfallende Niederschlag abfiltriert und weiter wie vorstehend angegeben verfahren. Die Analyse ergab ein zu niedriges Resultat, das jedenfalls auf den störenden Einfluss der basischen Fäulnisprodukte zurückzuführen ist, denn es werden durch diese alkalisch reagierenden Stoffe Bedingungen geschaffen wie bei Anwendung von basischem Bleiazetat, von welchem schon Paal und Mehrtens nachgewiesen hatten, dass es zur Reinigung von Fleischauszügen bei Nitratbestimmungen ungeeignet ist, und bei seiner Anwendung zu wenig Nitromitrat, beziehungsweise KNO_3 , gefunden wird. Wäre der faulende Fleischauszug vor der Behandlung mit neutralem Bleiazetat mit Essigsäure neutralisiert worden, so würde zweifellos auch bei Versuch No. 3 ein richtiges Analysenresultat erhalten worden sein.

Jedenfalls bestätigen die Versuche 1 und 2, bei welchen dasselbe Fällungsverfahren eingeschlagen wurde, das Paal und Mehrtens für die Bestimmung des Salpeters in Fleisch angegeben haben, von neuem die Brauchbarkeit des Nitronverfahrens. Aus den vorhergehenden Analysen ergibt sich weiter die Verwendbarkeit dieser schönen Methode zur Nitratbestimmung in Flüssigkeiten, welche Dextrin, Pepton oder Gelatine enthalten.

Bestimmung von Chlor neben Palladium und quantitative Bestimmung des Palladiums durch Reduktion mit Alkohol in alkalischer Lösung.

Von

A. Gutbier und F. Falco.

In seiner Arbeit »Beiträge zur Kenntnis der Palladiumverbindungen« berichtet Michael Frenkel¹⁾ über »eine neue Methode zur genauen Bestimmung des Chlors in Palladiumverbindungen, welche frei von Fehlerquellen ist, zugleich gestattet, das Palladium quantitativ zu bestimmen, und auf der Reduktion von Palladiumverbindungen mittels Alkohols in alkalischer Lösung beruht«.

Durch die Untersuchungen, die der eine von uns mit mehreren Mitarbeitern im Laufe der letzten Jahre über die Metalle der Platingruppe und speziell über das Palladium ausgeführt hat, wurden wir veranlasst, uns mit dieser Methode zu beschäftigen, da es möglich er-

¹⁾ Zeitschrift f. anorgan. Chemie 1, 228 (1892).