

## III. Chemische Analyse organischer Körper.

Von

P. Dobriner unter Mitwirkung von A. Oswald.

## 1. Qualitative Ermittlung organischer Körper.

**Eine Unterscheidung von  $\alpha$ - und  $\beta$ -Naphthol** gibt A. Jorissen<sup>1)</sup> an. In einem Reagensglas mischt man 2 cc einer Jod-Jodkaliumlösung mit überschüssiger Natronlauge und gibt das zu prüfende Naphthol hinzu.  $\alpha$ -Naphthol gibt eine stark violette, trübe Flüssigkeit, während bei  $\beta$ -Naphthol diese farblos und klar bleibt. Je nach dem Gehalt des  $\beta$ -Naphthols an  $\alpha$ -Naphthol tritt eine schwächere oder stärkere Färbung auf. Die Reaktion ist also der bekannten Chlorkalkreaktion analog.

**Die Eisenchlorid-Reaktion auf Salizylsäure** im Wein ist nach H. Pellet<sup>2)</sup> noch bei einer Verdünnung von 1 : 10000000 zu erkennen, wenn man nach folgender Weise verfährt: 1 l Wein wird, nachdem er alkalisch gemacht, auf 100 cc eingedampft, hierauf schwach angesäuert und mit 200—300 cc Äther extrahiert. Man dampft wieder unter Zusatz von Alkali ein und zieht den Rückstand nach dem Ansäuern mit Benzin aus. Schüttelt man 25 cc dieser Benzinlösung mit 10 cc Wasser und gibt verdünnte Eisenchloridlösung zu, so entsteht bei Gegenwart von Salicylsäure noch eine deutliche Violettfärbung.

**Eine Reaktion der Kakodylsäure und ihrer Salze** gibt J. Bougault<sup>3)</sup> an. Er verwendet als Reagens eine salzsaure Auflösung von unterphosphoriger Säure, welche mit Kakodylaten einen deutlichen Geruch nach Kakodyl entwickelt. Die Reaktion ist sehr empfindlich und namentlich zum Nachweis der Kakodylsäure in Gemischen mit Methylarseniaten geeignet.

0,20 g Methylarseniat werden in einem Reagensglas in 2 cc Wasser gelöst und mit 10 cc des Reagens<sup>4)</sup> versetzt. Man verschliesst das Glas und lässt 12 Stunden stehen. Ein deutlicher Geruch nach Kakodyl zeigt nach dieser Zeit die Gegenwart von Kakodylsäure an; selbst  $\frac{1}{2}$  mg der letzteren lässt sich auf diese Weise noch erkennen.

1) Ann. chim. anal. appliq. **7**, 217; durch Chemiker-Zeitung **26**, R. 215.

2) Südd. Apotheker-Zeitung; durch Deutsch-Amerikanische Apotheker-Zeitung **22**, 143.

3) Journ. de Pharm. et de Chim. (7. série) **17**, 97; durch Chem. News **87**, 101.

4) Konzentration vom Verfasser nicht angegeben. P. D. und A. O.

Ein anderes Verhalten mit dem Reagens zeigen die Methylarseniate; diese entwickeln keinen Kakodylgeruch, dagegen wird durch die unterphosphorige Säure alles Arsen ausgefällt.

Dieses Verhalten eignet sich zum Nachweis von anderen Arsenverbindungen in Kakodylaten. In 1 bis 2 cc Wasser löst man 0,20 g kakodylsaures Natron in einem Reagensglase auf und fügt 100 cc des Reagens hinzu. Die geringste Spur von Arsenverbindungen, selbst weniger als 0,1 mg Arsensäure oder arseniger Säure, ruft eine braune Färbung oder einen Niederschlag hervor. Reines Kakodylat zeigt diese Erscheinungen nicht, nur bei ganz konzentrierten Lösungen tritt bisweilen eine schwache Dunkelfärbung auf, welche jedoch nur langsam erscheint und im Laufe von mehreren Tagen noch zunimmt.

## 2. Quantitative Bestimmung organischer Körper.

### a. Elementaranalyse.

**Über den Nachweis des Stickstoffs von Pyrrolverbindungen** berichtet E. A. Kehler<sup>1)</sup>. Der Nachweis des Stickstoffs in organischen Substanzen nach Lassaigne durch Schmelzen der Substanz in einem Proberöhrchen mit Alkalimetall und Überführen des entstandenen Cyanids in Berliner-Blau versagt in manchen Fällen, so bei leicht zersetzlichen Körpern, aus denen der Stickstoff als Gas entweicht, ehe Cyanbildung eingetreten ist, und gelingt bei schwefelhaltigen Substanzen nur, wenn man nach Graebe eine grössere Menge Alkalimetall verwendet. Täuber<sup>2)</sup> fand diese Mafsnahme für alle Fälle genügend. Einige Pyrrolderivate jedoch geben trotz dieser Vorsichtsmafsregel und trotz vorsichtigen Schmelzens keine Stickstoffreaktion. Diese gelingt aber, wenn man auf folgende Weise verfährt.

Ein nicht zu weites Glasröhrchen wird am unteren Ende spitz ausgezogen. In diesen verjüngten Teil bringt man eine kleine Menge der Substanz, stellt durch Klopfen einen Kanal her, gibt dann an das untere Ende des weiten Teiles des Röhrchens das Alkalimetall, welches man zum Glühen erhitzt, jedoch mit der Vorsicht, dass man die Substanz dabei möglichst wenig erwärmt. Mittels einer zweiten, ganz kleinen Flamme erhitzt man dann diese selbst allmählich zum Schmelzen und treibt die Dämpfe ganz langsam gegen das Metall vor.

1) Ber. d. deutsch. chem. Gesellsch. zu Berlin **35**, 2523.

2) Vergl. diese Zeitschrift **40**, 47.