sobald Mikroblasen auftreten. — Es werden nähere Einzelheiten über eine rationelle Benutzungstechnik mitgeteilt, bei der sich z. B. 4 aufeinanderfolgende Proben innerhalb 4 Std., z. T. noch schneller bestimmen lassen. Belegdaten von 4 Substanzen (Anthranilsäure, Phenylhydrazin, Anilin, Benzamid) weichen um höchstens 0,2% (absolut) vom Sollwert ab; größte Streuung innerhalb der Doppelbestimmungen 0,1% (abs.). Die Methodik erscheint ohne weiteres auch auf Halbmikromengen übertragbar.

R. KLOCKMANN.

2. Qualitative und quantitative Analyse.

Über die Verwendung des Vanillin-Schwefelsäure-Reaktion (auf Rotenon) zum Nachweis weiterer organischer Verbindungen berichtet in einer 4. Mitteilung E. P. HÄUSSLER¹. Nach seinen Feststellungen liefert die Reaktion rote Färbungen mit phenolische OH-Gruppen enthaltenden Verbindungen, während N-haltige organische Substanzen gelbe Färbungen geben. Allerdings wurde gefunden, daß Benzilsäure, als einzige der untersuchten N-freien Verbindungen gleichfalls gelbe Färbung zeigt. Rote bis rotviolette Färbungen² ergeben Substanzen auch ohne Phenolgruppen: Benzoin, Heliotropin, Teresantalsäure, Pseudojononhydrat, Malonsäure und Monobenzylmalonsäure. Gelbe Färbung tritt auf bei Alloxan, Barbitursäure, Aneurin, Guanin, Harnsäure, vorübergehend bei Theobromin und Coffein, bei denen das Gelb in undeutliches Violett bzw. Gelbgrün umschlägt. Pyridin reagiert nicht, hingegen ergeben Nicotinsäure, Chinolin und 2-Phenylcinchoninsäure starke gelbe Färbung. Diacetyldioxim färbt sich erst beim Erwärmen mit dem Reagens gelb. Beim Diphenylthioharnstoff geht das Gelb bald in Gelbgrün über. Pentamethylentetrazol reagiert negativ. Zimt- und Mandelsäure färben sich mit dem Reagens rein grün.

H. FREYTAG.

Um kleine Mengen Essigsäureanhydrid in Essigsäure zu bestimmen, wird von G. BENSON und R. M. KITCHEN³ ein halbquantitatives Verfahren angegeben, das gegenüber anderen Arbeitsweisen auch in ungeübten Händen schnell und bis 0,05% genau arbeitet. Das Verfahren hat praktische Bedeutung, weil schon kleine Gehalte an Essigsäureanhydrid in Eisessig beträchtliche Korrosionen an Aluminiumgefäßen und -leitungen veranlassen, die in steigendem Maße in der Eisessigfabrikation angewendet werden.

Benötigte Reagenzien: Lösung I: 5% ige Lösung von Anilin in Pyridin; Lösung II: 1% ige Lösung von doppelt dest. Furfuraldehyd in Essigsäure. Man mischt 1 ml von I mit 10 ml Muster, läßt 1 min stehen und fügt dann 1 ml von II hinzu. Ist kein oder weniger als 0,5% Anhydrid in der Essigsäure vorhanden, so entsteht eine kirschrote, über 0,5% eine schwach strohgelbe Färbung. Für Konzentrationen bis 0,05% herab nimmt man 0,1 ml von I auf 10 ml Muster. Man vergleicht mit frisch bereiteten Standardfarblösungen mit 0,0, 0,1, 0,2 usw. % Anhydrid. Folgende Stoffe, die häufig in Handelssorten anwesend sind, stören nicht: Äthylidendiacetat, Cu-Acetat, Acetaldehyd bis 1% und Wasser bis 10%.

H. ZELLNER.

¹ Mitt. Lebensmittelunters. **40**, 143 (1949).

² HÄUSSLER, E. P.: Diese Z. **53**, 367 (1914).

³ Canad. J. Res. Sect. F. **27**, 266 (1949).