

in einer Filtrierpapierhülle aufgesogen und in einem verschließbaren Trockenröhrchen, das gleichzeitig als Wägeglast dient, durch Durchleiten von trockenem Stickstoff gleichmäßiger Temperatur getrocknet. Mit dem beschriebenen Apparat lassen sich gleichzeitig 9 Bestimmungen durchführen, wobei die Dauer einer Bestimmung etwa 2–3 h beträgt.

An Hand von Beleganalysen wurde gezeigt, daß sich nicht nur hygroskopische Stoffe, sondern auch ausgesprochene Trockenmittel praktisch vollkommen trocknen lassen, ferner auch leicht zersetzliche Salze wie Ammonsulfat, die sonst nicht in dieser Form zur Wägung gebracht werden können.

Die Anwendung der Methode auf die Untersuchung von Nahrungsmitteln wie Fruchtsäften, Milch, Bier, Wein

usw. hat ergeben, daß die bisher üblichen indirekten Methoden zur Trockensubstanzbestimmung, besonders bei stärkeren Konzentrationen, meist ziemlich ungenaue Ergebnisse liefern, da die indirekten Methoden, z. B. bei Fruchtsäften, auf der Dichtekonzentrationsabhängigkeit von Rohrzuckerlösungen beruhen, während in Wirklichkeit der Trockenrückstand ja noch erhebliche Mengen anderer Stoffe enthält.

Die beschriebene Methode kommt auch für die allgemeine gravimetrische Analyse in Frage, wobei die Möglichkeit besteht, Salze in der Form zur Wägung zu bringen, in der sie ursprünglich vorliegen oder in der sie durch Fällungsreaktionen erhalten werden. Dadurch werden die Fehlermöglichkeiten der oft umständlichen Überführung in glühbeständige Verbindungen oder der Veraschung vermieden.
[A. 22.]

Über den Kjeldahl-Aufschluß mittels Selen.

Von Prof. Dr. K. TÄUFEL, Dr. H. THALER und K. STARKE.

(Eingeg. 20. März 1936.)

Aus dem Universitätsinstitut und der Deutschen Forschungsanstalt für Lebensmittelchemie in München.

Vor einiger Zeit wurde in einer ersten Mitteilung von uns in dieser Zeitschrift¹⁾ über Versuche berichtet, die das Ziel verfolgten, den Kjeldahl-Aufschluß mittels Selen zur gleichzeitigen Ermittlung von Stickstoff und Phosphor in Untersuchungsmaterialien heranzuziehen. Dabei wurden analytisch recht befriedigende Ergebnisse erzielt, die die Brauchbarkeit des Verfahrens insbesondere für die oft erforderlichen Serienanalysen in der lebensmittel- sowie agrikulturchemischen Praxis erwiesen.

Wie uns erst nach unserer Veröffentlichung bekannt wurde, hat E. Takala²⁾ gelegentlich systematischer Versuche zur Mineralisierung des Stickstoffs mit Selen in Abhängigkeit von der Menge des letzteren sowie der Dauer der Erhitzung beachtliche Verluste an Ammoniak festgestellt; diese beliefen sich bei Ammoniumchlorid und Sojaschrot

auf 20% und mehr der Einwaage. Diese Beobachtungen waren uns Veranlassung, innerhalb der analytisch in Betracht kommenden Grenzen hinsichtlich Erhitzungszeit und Selenmenge eine Nachprüfung vorzunehmen.

Die Durchführung der Versuche erfolgte in der Weise, daß die Untersuchungssubstanz im Kjeldahl-Kolben mit 25 cm³ konz. Schwefelsäure zur Zerstörung erhitzt wurde; es wurden Erhitzungszeit und Selenmenge variiert. Das Abdestillieren des Ammoniaks erfolgte in der Apparatur nach Parnas-Wagner. Die Ergebnisse sind in den folgenden 4 Tabellen zusammengestellt.

Tabelle 3. Einfluß steigender Selenmengen bei Anwesenheit von Kaliumsulfat.

Untersuchungs- substanz	Zusatz	Erhitzungs- zeit h	Gefundener Stickstoff- gehalt %
Ammoniumchlorid (N ₂ = 1,207 %)	0,1 g Selen	3	1,213
	0,1 g Selen + 18 g K ₂ SO ₄	3	1,202
	1,0 g Selen + 18,0 g K ₂ SO ₄	3	1,084
	2,0 g Selen + 18,0 g K ₂ SO ₄	3	0,661
	0,1 g Selen	3	1,26
Mehl (N ₂ = 1,26 %)	0,1 g Selen + 18 g K ₂ SO ₄	3	1,24
	1,0 g Selen + 18,0 g K ₂ SO ₄	3	1,19
	2,0 g Selen + 18,0 g K ₂ SO ₄	3	0,91
	0,1 g Selen	3	18,32
	0,1 g Selen + 18 g K ₂ SO ₄	3	18,01
Glykokoll (N ₂ = 18,30 %)	1,0 g Selen + 18,0 g K ₂ SO ₄	3	12,78
	2,0 g Selen + 18,0 g K ₂ SO ₄	3	9,72

Tabelle 4. Einfluß von Kupfersulfat.

Untersuchungs- substanz	Zusatz	Erhitzungs- zeit h	Gefundener Stickstoff- gehalt %
Ammoniumchlorid (N ₂ = 1,207 %)	0,1 g Selen + 0,5 g CuSO ₄	2	1,218
Glykokoll (N ₂ = 18,30 %)	0,1 g Selen + 0,5 g CuSO ₄	3	18,42

Tabelle 1. Einfluß der Erhitzungszeit.

Ammoniumchlorid Stickstoffgehalt = 1,207 %			Glykokoll Stickstoffgehalt = 18,30 %		
Ange- wandte Selen- menge g	Er- hitzungs- zeit h	Gefun- dener Stickstoff- gehalt %	Ange- wandte Selen- menge g	Er- hitzungs- zeit h	Gefun- dener Stickstoff- gehalt %
0,1	2	1,216	0,1	2	18,32
0,1	10	1,219	0,1	8	18,34
0,1	20	1,218	0,1	16	18,49

Tabelle 2. Einfluß der Selenmenge.

Untersuchungs- substanz	Angewandte Selenmenge g	Erhitzungs- zeit h	Gefundener Stickstoff- gehalt %
Ammoniumchlorid (N ₂ = 1,207 %)	0,1	2	1,211
	1,0	2	1,213
	2,0	2	1,212
Glykokoll (N ₂ = 18,30 %)	0,1	3	18,18
	1,0	3	18,30
	2,0	3	18,28
Mehl (N ₂ = 1,26 %)	0,1	8	1,26
	1,0	8	1,26
	2,0	8	1,25

¹⁾ Diese Ztschr. 48, 191 [1935].

²⁾ Mitt. d. Staatl. Agrikulturchemischen Laboratoriums, Helsinki 1934, S. 42–46.

Es geht daraus folgendes hervor:

1. Bei Anwendung der vorgeschlagenen Selen-Menge von etwa 0,1 g ist innerhalb der für praktische Zwecke in Betracht kommenden Erhitzungszeit (bis 20 h⁹⁾) weder bei Ammoniumchlorid noch beim Glykokoll bei Anwendung der üblichen analytischen Arbeitsmethoden ein Verlust an Stickstoff feststellbar (Tab. 1).

2. Die Erhöhung der Menge an Selen auf das rund Zwanzigfache des vorgeschlagenen Wertes läßt weder bei Ammoniumchlorid, noch bei Glykokoll, noch bei Mehl einen analytisch in Betracht kommenden Stickstoffverlust erkennen (Tab. 2).

3. Bei Anwendung von Kaliumsulfat neben Selen tritt ein von der Menge des Metalls abhängender Verlust an

⁹⁾ Diese außerordentlich lange Erhitzungszeit wurde im Hinblick auf möglicherweise sehr schwer zerstörbare Substanzen gewählt.

Stickstoff auf. Versuche zur Aufklärung der hierfür verantwortlichen chemischen Vorgänge sind im Gange (Tab. 3).

4. Gleichzeitige Benutzung von Kupfersulfat neben 0,1 g Selen führt zu einwandfreien Ergebnissen (Tab. 4).

5. Die vorstehend mitgeteilten Beobachtungen lassen es wünschenswert erscheinen, die Anwendung des selenhaltigen sog. Gemisches nach *H. C. Messman*⁴⁾ bei der Kjeldahlisierung auf seine Wirkung nachzuprüfen.

6. Der *Kjeldahl*-Aufschluß mit Selen in der angegebenen Menge von etwa 0,1 g dürfte bei allen Substanzen, bei denen die Mineralisierung des Stickstoffs nach dem *Kjeldahl*-Verfahren erwiesenermaßen fehlerfrei möglich ist, eine im analytischen Laboratorium brauchbare und zweckmäßige Arbeitsweise darstellen. [A. 32.]

⁴⁾ *Cereal Chem.* **9**, 357 [1932]; vgl. auch *S. R. Snider u. D. A. Coleman*, ebenda **11**, 4 [1934].

NEUE BÜCHER

Molekülspektren und ihre Anwendung auf chemische Probleme. Von Prof. Dr. H. Sponer. Band II. Text. (Struktur und Eigenschaften der Materie [XVI]. Eine Monographiensammlung, begründet von M. Born und J. Franck. Herausgegeben von F. Hund und H. Mark.) Verlag J. Springer, Berlin 1936. Preis geh. RM. 36,—, geb. RM. 37,80.

In der Monographiensammlung „Struktur und Eigenschaften der Materie“ wird von *H. Sponer* als Monographie XVI „Molekülspektren und ihre Anwendung auf chemische Probleme II. Text“ behandelt¹⁾. Da der Autor aus dem Göttinger Kreise hervorgegangen ist, welchem wir viele wichtige Fortschritte in der Erforschung und Deutung der Molekülspektren verdanken, so sah man dem Erscheinen des Textbandes mit berechtigter Erwartung entgegen. Der vorliegende 500 Seiten starke Textband ist in 7 Kapitel unterteilt.

I. Kurze Einführung in die Atomspektren nach der alten Quantentheorie. II. Kurze Einführung in die Quantenmechanik. III. Molekülspektren. IV. Bestimmung chemisch wichtiger Größen aus Bandenspektren. V. Die chemische Bindung und die chemische Wertigkeit. VI. Molekülanregung durch Stöße. VII. Weitere Anwendung spektroskopischer Ergebnisse auf chemische Probleme.

In diesem letzten Kapitel werden unter anderem photochemische Primär- und Sekundärreaktionen, Reaktionskinetik, Chemilumineszenz besprochen. Der Rahmen des Buches ist also sehr weit gezogen. Und wenn daher in manchen Kapiteln bei weitem keine Vollständigkeit angestrebt werden konnte, so sind doch die wichtigen und allgemeinen Gesichtspunkte übersichtlich und klar herausgearbeitet. Bisweilen, z. B. Kapitel V, findet man Theorien besprochen und gegenübergestellt, die man bisher in den Originalarbeiten nachschlagen mußte. Das Buch von *Sponer* kann dem wissenschaftlich interessierten Chemiker wärmstens empfohlen werden, denn durch dessen Studium kann man sich verhältnismäßig leicht einen abgerundeten Überblick über das große Gebiet der Molekülspektren verschaffen. *Harteck*. [BB. 53.]

Zur Frage der Veränderung von Schmierölen im Gebrauch und ihrer Regenerierung. Vom Österreichischen Petroleum-Institut (Ö. P. I.-Veröffentlichung Nr. 2, Bearbeiter Dr. Ing. H. Kampfner). 24 Seiten, DIN A 5. Verlag für Fachliteratur, Wien 1935.

Der erste Abschnitt der vorliegenden Studienarbeit bringt eingangs eine Zusammenstellung und Besprechung der in den letzten Jahren erschienenen wesentlichsten Veröffent-

¹⁾ Die Monographie XV, Molekülspektren usw., Band I, der Tabellenband zum vorliegenden Werke, ist besprochen worden: diese Ztschr. **48**, 673 [1935].

lichungen des Fachschriftentums über die Frage der Veränderung von Schmierölen im Gebrauch und über die Aufarbeitung gebrauchter Öle. Im Anschluß hieran wird ein Auszug aus Patentschriften über Aufbereitungsverfahren gebrauchter Öle gegeben.

Der zweite Abschnitt beschreibt einige praktische Reinigungsversuche mit gebrauchten Motorenölen, die in 2 Kraftwagen unter festgelegten Versuchsbedingungen verwendet worden waren. Die gefundenen analytischen Ergebnisse, die in Zahlentafeln übersichtlich zusammengestellt sind, werden besprochen.

Das Werk dürfte besonders hinsichtlich der Patentschriften-Zusammenstellung dem Schmierölfachmann gute Dienste erweisen. *Heinze*. [BB. 56.]

PERSONAL-UND HOCHSCHULNACHRICHTEN

(Redaktionsschluß für „Angewandte“ Mittwochs,
für „Chem. Fabrik“ Sonnabends.)

Dr. K. Clusius¹⁾, planmäßiger a. o. Prof. für physikalische Chemie an der Universität Würzburg, wurde vertretungsweise nach dem Ausscheiden von Prof. Dr. K. Fajans mit der Leitung des Physikalisch-Chemischen Instituts der Universität München beauftragt. Zum Nachfolger von Prof. Clusius wurde Prof. Dr. K. L. Wolf²⁾, Ordinarius und Direktor des Instituts für physikalische Chemie und Elektrochemie der Universität Kiel, zunächst ebenfalls vertretungsweise berufen.

Dr. E. Raub, Leiter des Forschungsinstituts und des Probieramts an der Staatlichen Höheren Fachschule für Edelmetallindustrie in Gmünd, hat für das S.-S. 1936 einen Lehrauftrag für Galvanomechanik an der Technischen Hochschule Stuttgart erhalten.

Dr. E. Ungerer, nichtbeamteter a. o. Prof. für Agrikulturchemie in der philosophischen Fakultät der Universität Breslau, wurde beauftragt, in derselben Fakultät der Universität Königsberg wie im W.-S. 1935/36 auch im S.-S. 1936 die Agrikulturchemie und landwirtschaftliche Bakteriologie in Vorlesungen und Übungen zu vertreten.

Gestorben: Dr. E. Breuning, Mitarbeiter in der Firma Accumulatoren A.-G., Hagen i. W., am 9. April im Alter von 49 Jahren.

Ausland.

Gestorben: Comm. Prof. Dr. G. Baldracco, Leiter der königl. italienischen Versuchsanstalt für Lederindustrie Turin, am 5. Februar. — Prof. Dr. Dr.-Ing. e. h. J. Stoklasa (Pflanzenphysiologie), Prag, im Alter von 79 Jahren.

¹⁾ Vgl. diese Ztschr. **47**, 569 [1934]. ²⁾ Ebenda **49**, 229 [1936].