

Denne fil er downloadet fra
Danmarks Tekniske Kulturarv
www.tekniskkulturarv.dk

Danmarks Tekniske Kulturarv drives af DTU Bibliotek og indeholder scannede bøger og fotografier fra bibliotekets historiske samling.

Rettigheder

Du kan læse mere om, hvordan du må bruge filen, på *www.tekniskkulturarv.dk/about*

Er du i tvivl om brug af værker, bøger, fotografier og tekster fra siden, er du velkommen til at sende en mail til *tekniskkulturarv@dtu.dk*

5

VEJLEDNING

TIL BRUG VED ØVELSERNE I

ORGANISK ANALYSE

PAA

DEN KGL. VETERINÆR- OG LANDBOHØJSKOLES
KEMISKE LABORATORIUM

AF

J. K. GJALDBÆK

TRYKT SOM MANUSKRIFT

KØBENHAVN

TRYKT HOS J. JØRGENSEN & Co. (IVAR JANTZEN)

1916

#: 5438

Industribiblioteket

Op: 5438. Forfatter: J. K. Waldbeck.

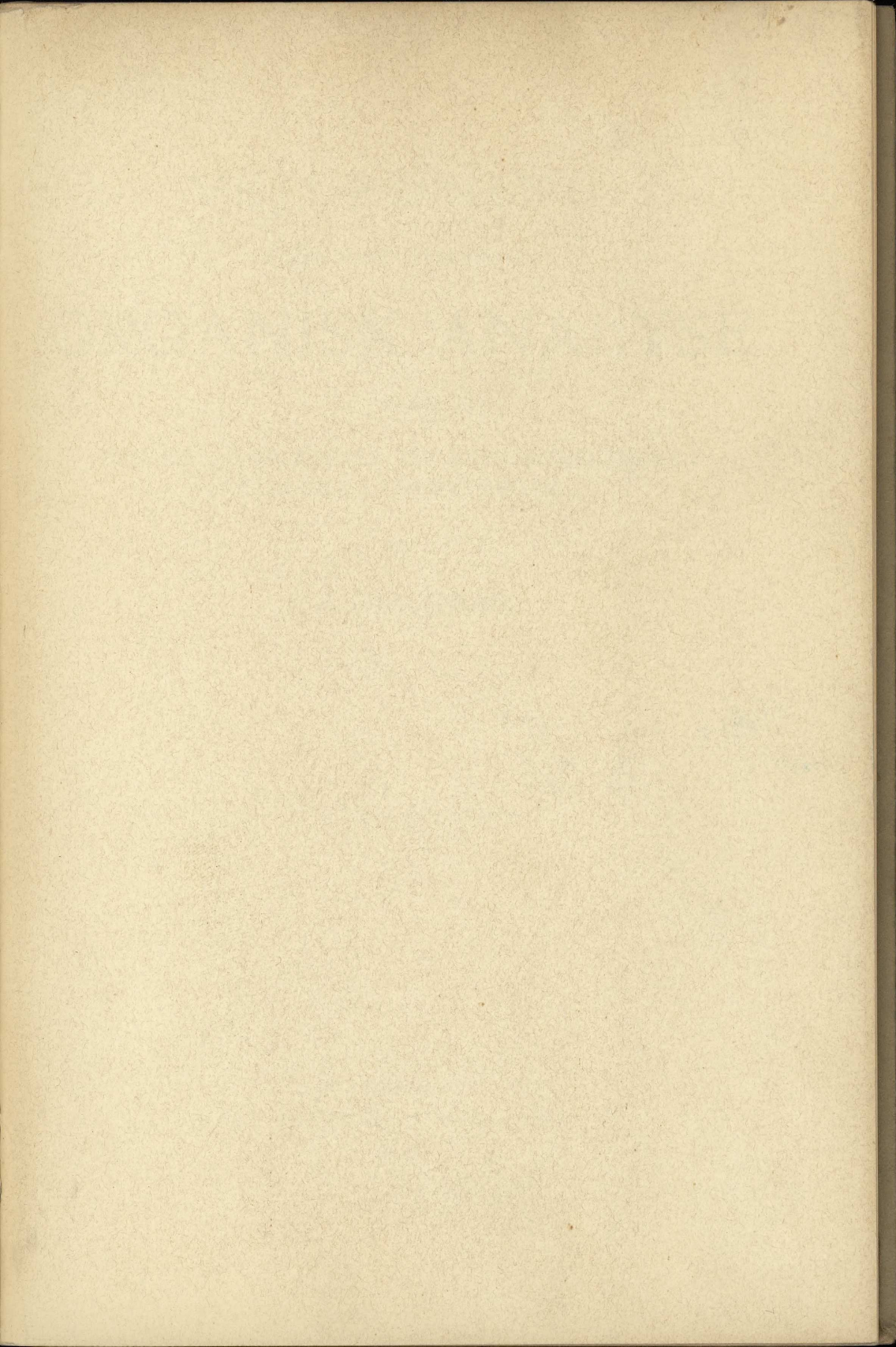
Titel: Org. Analyse.

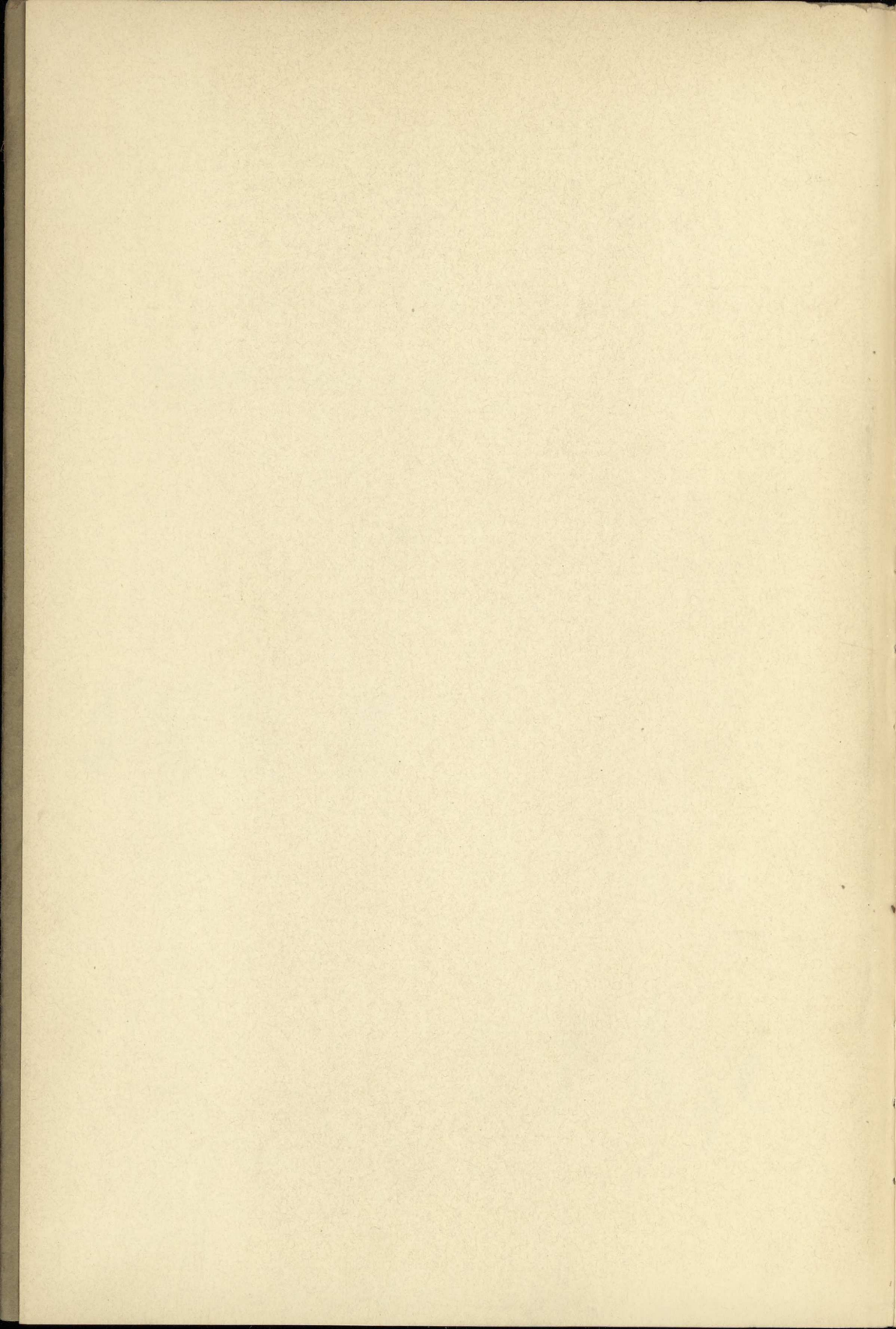
Bind: Udgave: Trykkaar: 1916.

Industribiblioteket /

5438

I. B. 92





VEJLEDNING

TIL BRUG VED ØVELSERNE I

ORGANISK ANALYSE

PAA

DEN KGL. VETERINÆR- OG LANDBOHØJSKOLES
KEMISKE LABORATORIUM

AF

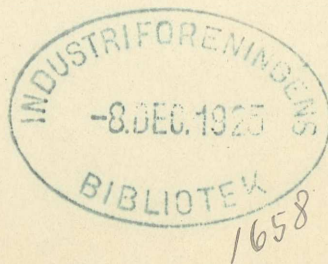
J. K. GJALDBÆK

TRYKT SOM MANUSKRIFT

KØBENHAVN

TRYKT HOS J. JØRGENSEN & Co. (IVAR JANTZEN)

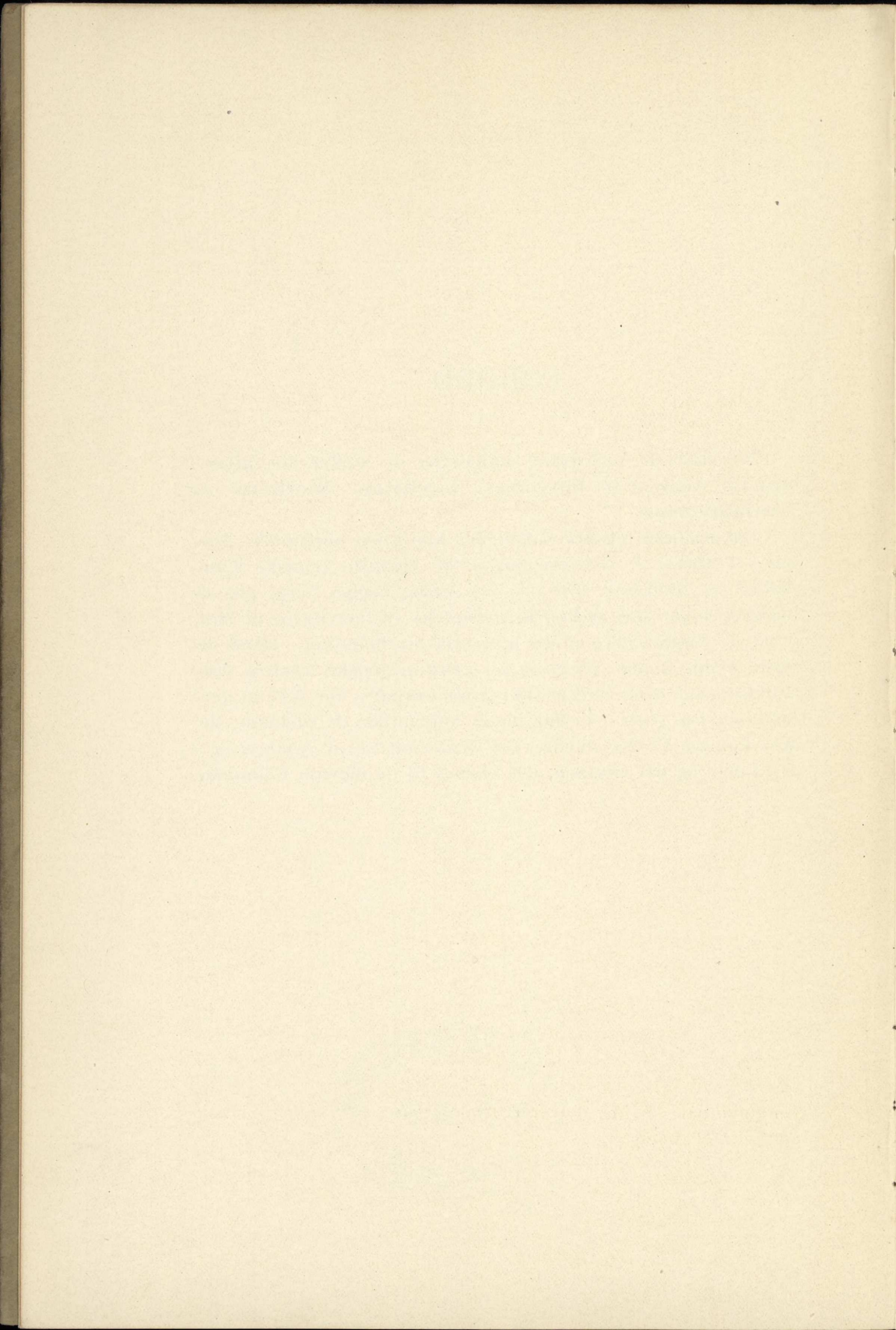
1916



FORORD.

Nærværende Vejledning omhandler de Stoffer, der gives i organisk Analyse til Havebrugs-, Landbrugs-, Skovbrugs- og Veterinærexamen.

Laboratorieøvelserne falder her som i den uorganiske Analyse i 2 Afsnit: 1) Gennemgang af de vigtigste kemiske Egenskaber for Stofferne, idet der her særlig lægges Vægt paa de Reaktioner, der har analytisk Anvendelse til Paavisning af Stofferne, 2) Undersøgelse af en udleveret Stofblanding. Hvad det sidste Afsnit angaar, da gives der i den organiske Analyse visse Lettelser, idet visse Stoffer ikke gives sammen, for ikke at gøre Analysen for svær. Vejledningen omhandler de Metoder, der maa komme til Anvendelse ved Undersøgelse af Analyserne i den Form og det Omfang, det kræves til de nævnte Examinere.



Organiske Stoffer indeholder alle Kulstof; som oftest indeholdes ogsaa Brint og Ilt, sjeldnere Kvælstof, Fosfor, Svovl, Klor og Metaller.

1ste Øvelse.

Paavisning af Kulstof, Brint, Kvælstof, Fosfor og Svovl.

Forsøg 1. *Kulstof og Brint.*

0,2 g Albumin blandes i en Morter med 2 g pulveriseret Kuprioxyd; Blandingen bringes i et tørt Reagensglas, der forsynes med Prop og ombøjet Afledningsrør. Afledningsrøret sænkes ned i et Reagensglas med Kalkvand, og Blandingen ophedes; herved iagttager man:

- 1) *at der finder en Luftudvikling Sted.* Den dannede Luftart er Kuldioxyd, hvilket ses ved, at der i Kalkvandet fremkommer en Udfældning af Kalciumkarbonat. Kuldioxydet dannes, idet Kuprioxydet ilter det i Albuminet indeholdte Kulstof.
- 2) *at Reagensglassets Sider besættes med et Lag Vanddraaber.* Vandet dannes, idet Kuprioxydet ilter det i Albuminet indeholdte Brint.

Forsøg 2. *Kvælstof.*

0,2 g Albumin blandes med 1—2 g Natronkalk; Blandingen bringes i et Reagensglas og ophedes i en Gasflamme. Herved udvikles Ammoniak, der kendes paa Lugten og paa, at de udviklede Dampe reagerer basisk (Prøve med Kurkumapapir vædet med Vand).

Forsøg 3. Fosfor og Svovl.

0,5 g Albumin blandes i en Morter med 0,5 g vandfrit Natriumkarbonat og 3 g Salpeter. Denne Blanding bringes i smaa Portioner ad Gangen ned i en Porcellænsdigel, der holdes opvarmet til Glødning. Herved iltes det organiske Stof af Kaliumnitratet: Brinten til Vand, Kulstoffet til Kuldioxyd, Svovlet til Svovlsyre og Fosforet til Fosforsyre. Fosforsyren og Svovlsyren bindes af det tilsatte Natriumkarbonat og paavises i Smeltmassen efter Afkøling og Udkogning med 10 cm³ Vand. Vædsken gøres sur med fortyndet Salpetersyre og deles i 2 Portioner.

- a) til Paavisning af Svovlsyre med Baryumnitrat,
- b) til Paavisning af Fosforsyre med Ammoniummolybdat.

Paavisning af organiske Stoffer.

Paavisning af organiske Stoffer kan i de allerfleste Tilfælde foretages ved at ophede Stoffet i en Digel; herved indtræder der *Forkulning*, og samtidig dannes ofte et Beslag af Tjære paa Digelens Sider. Ved Ophedningen bortgaar forskellige flygtige Bestanddele, f. Ex. Vand, Ammoniak (jvfr. fra den uorganiske Kemi Ammoniakfremstillingen ved tør Destillation af Stenkul) og Kulsyre; endvidere forskellige brændbare Luftarter, som Brint, Kulbrinter og Kulilte. Foretages Forkulningen ved høj Temperatur, vil de brændbare Luftarter antændes, saa Stoffet brænder med Flamme, og ved fortsat Ophedning under Luftens Adgang vil ogsaa Tjæren og det udskilte Kulstof forbrænde; dog kan det undertiden være meget vanskelig at faa Kullene fuldstændig bortbrændt; navnlig Kul, der er fremkommet ved Ophedning af kvælstofholdige Stoffer, er vanskelige at bortbrænde. Resten, der bliver tilbage, naar alt organisk Stof er bortbrændt, kaldes »*Asken*» og bestaar af uorganiske Bestanddele (den kan dog i visse Tilfælde ogsaa indeholde Cyanider, jvfr. Pag. 9).

Har det organiske Stof været blandet med uorganiske Salte, vil *Asken* sjeldnere være identisk med de iblandede Salte. Sulfater vil delvis reduceres til Sulfider. Nitrater vil omdannes enten til Nitriter eller Karbonater, i sidste Tilfælde under Kvæl-

stofudvikling. Alkalimetallernes Klorider vil kunne fordampe ved længere Tids stærk Glødning. Indeholder det organiske Stof Fosfor, vil der under Forbrændingsprocessen dannes Fosforsyre, som kan uddrive baade Svovlsyre og Klorbrinte. Ved Forbrænding af svovlholdige Stoffer vil der kunne dannes Sulfater. Salte af organiske Syrer omdannes ved Glødning til Karbonater, der dog (Alkalikarbonaterne undtagne) helt eller delvis vil kunne spaltes til Metalilte under Afgivelse af Kuldioxyd.

I Glødningsresten vil der saaledes kunne forekomme baade Sulfat, Fosfat og Karbonat, selv om det forelagte Stof ikke har indeholdt nogen af Delene.

Visse organiske Stoffer, f. Ex. Urinstof, Formiater, Acetater og Oxalater, forkuller ikke eller udskiller kun en yderst ringe Mængde Kul ved Ophedning; paa den anden Side vil visse uorganiske Stoffer, f. Ex. Manganokarbonat, ved Ophedning antage en sort Farve paa Grund af indtrædende kemiske Forandringer.

Imidlertid vil det Forhold dog neppe indtræffe ved de Analyser, der udleveres til Undersøgelse i Laboratoriet, at Ophedningsprøven ikke giver tilstrækkeligt Bevis paa organisk Stof. Hvis man imidlertid skulde være i Tvivl, kan man foretage Reaktionen for Kulstof ved Ophedning med Kuprioxyd (Forsøg 1, Pag. 5), men i saa Fald maa man naturligvis først overbevise sig om, at Analysen ikke indeholder Karbonat. Hvis Karbonater findes, bortkoges Kulsyren med fortyndet Svovlsyre i ringe Overskud; til Vædsken sættes et Overskud af Kuprioxyd, man inddamper til Tørhed paa Vandbad, og med Inddampningsresten foretages Prøven for Kulstof.

Almindelige Metoder til Undersøgelse af en Blanding af uorganiske og organiske Stoffer.

I. Undersøgelse for uorganiske Bestanddele.

A. Paavisning af Metallerne.

1 g af den udleverede Analyse forkulles ved svag Varme, og Ophedningen fortsættes, indtil al Tjære er bort-

brændt; der afkøles, Massen findeles og udkoges med Vand. Hvis det herved vundne *vandige Udtræk* er af brun Farve, har der ikke været glødet længe nok, og en anden Portion tages i Arbejde.

Den sorte Rest, der bliver tilbage efter Udkogningen med Vand, tørres og glødes paany, idet Digelen lægges skraat, saa Luften faar bedre Adgang. Kullene vil nu oftest hurtigt brænde bort, hvis ikke, tildryppes efter Afkøling 1—2 Draaber stærk Salpetersyre, og der glødes endnu en Gang. Den som oftest graa Rest, der nu bliver tilbage (er den rødlig, tyder det paa Indhold af Bly), opløses ved Kogning med lige Dele Vand og fortyndet Salpetersyre (*det salpetersure Udtræk*).

Det vandige Udtræk: Lidt af Udtrækket *koges* med nogle Draaber Natriumkarbonatopløsning. Hvis der kommer Bundfald, sammenblandes den øvrige Del af Udtrækket med det salpetersure Udtræk. Hvis der ikke kommer Bundfald, kan det vandige Udtræk højst indeholde Kalium- og Natriumsalte, og Hovedportionen inddampes da til ca. 5 cm³, der deles i 2 Portioner til

Reaktion for Kalium: ved Tilsætning af Eddikesyre til svag sur Reaktion (1 Draabe er i Regelen tilstrækkelig) og Natriumkoboltinitrit.

Reaktion for Natrium: med Kaliumantimonat.

Det salpetersure Udtræk: (eventuelt blandet med det vandige Udtræk) undersøges for Metaller, idet det (hvis det vandige Udtræk er tilblandet) deles i 2 Dele. Den ene Portion benyttes til Paavisning af Alkalimetallerne ved Kogning med Barytvand o. s. v.

Den anden Portion inddampes næsten til Tørhed, fortyndes med Vand, fældes med Svovlbrinte o. s. v. Af Metaller gives kun K, Na, Ca, Mg, Zn, Pb og Cu, men man maa have sin Opmærksomhed henvendt paa, at smeltede Alkalikarbonater angriber Porcellæn, saa der undertiden vil kunne gaa Aluminium (og Kiselsyre) i Opløsning fra Digelen.

Ammoniak paavises paa følgende Maade:

En Spatelfuld Analyse udrøres i et Cylinderglas med lidt Vand og saa meget Kalciumhydroxyd, at Blandingen viser stærk

basisk Reaktion. Ved Hjælp af en Prop, hvorigennem der er trukket et Stykke tynd Jerntraad, der foruden er ombøjet til en Krog, sænkes et Stykke Kurkumapapir, der forud er vædet med Vand, ned i Cylinderglasset, saaledes at Kurkumapapiret befinder sig ca. 2 cm over Blandingen i Glasset. Ved Tilstedeværelse af Ammoniumsulte vil Kurkumapapiret i Løbet af et Par Minutter antage en rødbrun Farve.

Det gaar ikke an at prøve for Ammoniak paa samme Maade som i uorganiske Stoffblandinger, da en Del kvælstofholdige Stoffer (Urinstof, Albumin) ved Kogning med Natriumhydroxyd udvikler Ammoniak.

B. Paavisning af Syrerne.

Kulsyre paavises paa samme Maade som i uorganiske Analyser. Den maa naturligvis søges i selve Analysen og under ingen Omstændigheder i Glødningsresten.

For *Klorbrinte, Svovlsyre og Fosforsyre* foretages følgende Prøve:

1 g Analyse blandes med 1 g vandfrit Natriumkarbonat; der forkulles ved svag Varme, eventuel Tjære bortbrændes fuldstændig, der afkøles, Digelindholdet udkoges med en halv Snes cm^3 fortyndet Salpetersyre; der filtreres, og Filtratet deles i 3 Dele: a) til Prøve for Klorbrinte med Sølvnitrat; b) til Prøve for Svovlsyre med Baryumnitrat; c) til Prøve for Fosforsyre med Ammoniummolybdat.

Hvis Analysen har indeholdt Klorid, Sulfat eller Fosfat, vil man ved ovenstaaende Prøver faa meget store Reaktionen.

Imidlertid kan det Forhold indtræffe, at man faar utvivlsomme Reaktionen for Klorid, Sulfat og Fosfat efter den omtalte Fremgangsmaade, selv om Analysen hverken indeholder Klorid, Sulfat eller Fosfat. Svovlsyre og Fosforsyre dannes som tidligere omtalt ved Forbrænding af svovlholdige og fosforholdige organiske Stoffer, f. Ex. Albumin (Stivelse og Gummi efterlader ved Glødning i Regelen ogsaa lidt Fosfat); Spor af Svovlsyre kan endelig ogsaa stamme fra Gassen.

For Klorbrintens Vedkommende kommer et helt andet Forhold i Betragtning, nemlig det, at der dannes Alkalicyanid ved Glødning eller Smeltning af kvælstofholdige organiske Stoffer

med Alkalikarbonater [$K_2CO_3 + 4C + 2N = 2KNC + 3CO$]; og Cyanider giver med Sølvnitrat et i Salpetersyre uopløseligt hvidt Bundfald af Sølvcyanid, der ligesom Sølvklorid er opløseligt i Ammoniakvand og en Opløsning af Ammoniumkarbonat.

Det vil heraf fremgaa, at de omtalte Prøver kun kan betragtes som foreløbige Prøver. Faar man negative Reaktionen, behøver man ikke at søge yderligere; men faar man positive Reaktionen, maa man — for Svovlsyrens og Fosforsyrens Vedkommende under de kalkfældende Syrer — for Saltsyrens Vedkommende under de flygtige Syrer — konstatere, om de omhandlede Syrer virkelig er til Stede.

Salpetersyre søges under de flygtige Syrer.

II. Undersøgelse for de organiske Stoffer.

Flygtige Syrer og *Alkaloider* søges i særskilte Portioner af Analysen. For de øvrige Stoffers Vedkommende er Fremgangsmaaden altid den, at man ved Hjælp af Æter, Vinaand og Vand skiller Analysen i 4 Dele:

A. Det æteriske Udtræk.

2 g Analyse overhældes i et stort tørt Reagensglas med saa meget Æter, at Glasset er $\frac{3}{4}$ fyldt; der omrystes i 5 Minutter og filtreres gennem et tørt Filter. Det uopløste bringes igen over i Reagensglasset og behandles en Gang til paa samme Maade og med samme Mængde Æter; der filtreres igen. De sammenblandede Filtrater udgør det æteriske Udtræk. Man erindrer, at Æter er letantændelig, og man maa derfor ikke henstille det æteriske Udtræk i Nærheden af brændende Gaslamper.

B. Det vinaandige Udtræk.

Det i Æter uopløste Stof overhældes i et Reagensglas med saa meget Vinaand, at Glasset er $\frac{3}{4}$ fyldt, og der varmes over fri Flamme, idet man omrører med en Glasspatel, som holdes helt ned til Bunden af Reagensglasset, indtil Vinaanden begynder at koge. Omrøringen (eller eventuelt Omrystningen) fortsættes nu

i 5 Minutter, idet Blandingen en Gang imellem opvarmes til begyndende Kogning. Der filtreres, og det uopløste behandles en Gang til paa samme Maade. De sammenblandede 2 Filtrater udgør det vinaandige Udtræk.

Man maa ved Fremstillingen af det vinaandige Udtræk udvise megen Paapasselighed, f. Ex. undgaa at spille Vinaand udenpaa Reagensglasset og ikke sætte Spatelen haardt mod Bunden af Reagensglasset, saa dette gaar itu; herved vil Vinaanden nemlig antændes, og man risikerer at forbrænde sig. Den omtalte Fremgangsmaade er imidlertid den hurtigste, og med Paapasselighed er der ingen Fare; naturligvis undgaar man at støtte sig til Bordet eller læne sig over Bordet for det Tilfældes Skyld, at Glasset ved et Uheld skulde gaa i Stykker.

C. Det vandige Udtræk.

Den i Vinaand uopløste Rest overhældes i et Reagensglas med saa meget 35° varmt Vand, at Reagensglasset fyldes $\frac{3}{4}$. Der omrystes i 5 Minutter og filtreres. Det uopløste behandles endnu en Gang paa samme Maade. De 2 sammenblandede Filtrater udgør det vandige Udtræk. Det i Vandet uopløste udgør

D. Den uopløste Rest.

2den Øvelse.

Fedtstoffer, Fedtsyrer og Sæber.

Fedtstofferne er Alkylsalte af den trivalente Alkohol Glycerin med forskellige Syrer, som med et fælles Navn kaldes »*Fedtsyrer*«. De 3 vigtigste af Fedtsyrerne er:

Palmitinsyre, $C_{15}H_{31}COOH$ } der begge hører til de *fede Syrers*
Stearinsyre, $C_{17}H_{35}COOH$ } *Række*, $C_nH_{2n+1}COOH$.

Oliesyre, $C_{17}H_{33}COOH$, der hører til *Akrylsyrerækken* $C_nH_{2n-1}COOH$.

Glycerinets Alkylsalte med Syrer kaldes »*Glycerider*«, og Fedtstofferne er *Triglycerider* af Fedtsyrerne, idet alle 3 Hydroxylgrupper i Glycerinet er ombyttet med Syrerest.

$(C_{15}H_{31}COO)_3C_3H_5$, palmitinsurt Glycerin eller »*Palmitin*«.

$(C_{17}H_{35}COO)_3C_3H_5$, stearinsurt Glycerin eller »*Stearin*«.

$(C_{17}H_{33}COO)_3C_3H_5$, oliesurt Glycerin eller »*Olein*«.

Palmitin- og Stearinsyre er faste, Oliesyren flydende. Fedtstoffernes Konsistens afhænger af de Syrer, der indgaar i Fedtstoffet; jo mere Palmitin og Stearin, det indeholder, des fastere er det; indeholdes overvejende Olein, er Fedtstoffet flydende.

Fedtstofferne

er uopløselige i Vand og i Vinaand ved almindelig Temperatur. I varm Vinaand opløses de fleste Fedtstoffer, men udfældes igen ved Afkøling. I Æter er de letopløselige selv i Kulden.

Ved Sammenrystning med en Sæbecpløsning dannes en Emulsion, idet Fedtstoffet skilles i meget smaa Draaber, der ikke samler sig ved Henstand. Det samme sker, naar Fedtstoffet rystes med en Opløsning af Natriumkarbonat, idet der herved først dannes lidt Sæbe, som vil emulgere Olien.

Fedtstofferne er i ren Tilstand af neutral Reaktion, men som man i Almindelighed har med Fedtstofferne at gøre, er de af sur Reaktion, idet de i ringe Grad er spaltede i Fedtsyrer og Glycerin.

Til de følgende Forsøg over Fedtstoffernes Egenskaber anvendes Talg, der hovedsagelig bestaar af Palmitin, Stearin og Olein.

Forsøg 1. 0,2 g Talg rystes med ca. 5 cm³ Æter; det gaar i Opløsning. Til Opløsningen sættes 2 Rumfang Vinaand. Herved fremkommer Fældning, da Fedtstoffer er uopløselige i Vinaand. Smlg. Fedtsyrerne Pag. 15, Forsøg 1.

Forsøg 2. 0,2 g Talg varmes i et Reagensglas med 10 cm³ Vinaand. Efter Omrystning gaar det i Opløsning; der afkøles, og Fedtstoffet udskilles nu i findelt Form. Der tildryppes 10 Draaber, Lakmusopløsning og omrystes; der fremkommer tydelig rød Farve — Reaktion paa fri Syre. Mængden af fri Syre bestemmes ved Titring med $\frac{1}{5}$ n. Natriumhydroxydopløsning, idet der omrystes kraftig efter hver Tilsætning. Til at fremkalde tydelig blaa Farve bruges 5—6 Draaber. Der har altsaa kun været en meget ringe Mængde frie Syrer i Fedtstoffet.

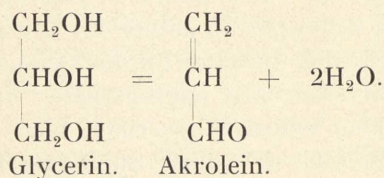
Forsøg 3. a) 0,2 g Talg opvarmes i et Reagensglas med 10 cm³ Vand. Der omrystes; Blandingen faar et mælkelignende Udseende, idet det smeltede Fedtstof ved Rystningen

fordeles i Vandet som ganske smaa Draaber. Blandingen henstilles et Øjeblik, og man iagttager, at Blandingen deler sig i 2 Lag, øverst Fedtstof, nederst Vand.

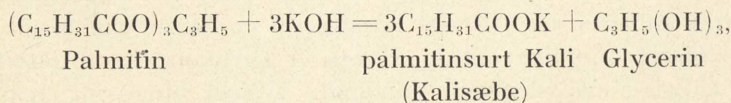
b) Tilsæt 1 cm³ Sæbeopløsning, omryst igen og iagttag, at Emulsionen ved Henstand holder sig.

Forsøg 4. 0,2 g Talg varmes i et Reagensglas med 5 cm³ Vand og 5 cm³ Natriumkarbonatopløsning. Der fremkommer ved Omrystning en *Emulsion*, men ikke nogen klar Opløsning. Smlgn. Fedtsyrerne Pag. 16, Forsøg 5.

Forsøg 5. *Akroleinreaktion.* 0,2 g Talg kommer i et Reagensglas sammen med 2 Spatelfulde pulveriseret Fosforsyre. Der opvarmes over fri Flamme; Blandingen smelter, antager mørk Farve, og der fremkommer en stikkende Lugt af Akrolein, idet Fedtstoffet sønderdeles, og det indeholdte Glycerin spaltes i Akrolein og Vand.

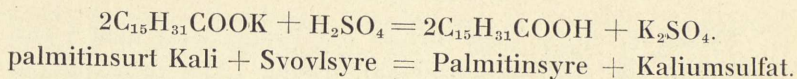


Forsøg 6. *Forsæbning af Fedtstof.* I et 200 cm³ Bægerglas med Tud afvejes 5 g Talg; det smeltes paa Vandbad, der paa hældes 3 cm³ 50 pCt. Kaliumhydroxydopløsning, og efter Omrøring tilblendes 10 cm³ Vinaand. Blandingen henstilles paa kogende Vandbad, og Forsæbningsprocessen,



vil forløbe fuldstændig i Løbet af nogle Minutter. Som Reaktion paa fuldstændig Forsæbning rystes 5—6 Draaber af Blandingen med 2—3 cm³ Vand. Er Forsæbningen fuldstændig, faas en klar Opløsning, i modsat Fald en Emulsion.

Naar Forsæbningen er forbi, tilblendes 50 cm³ Vand, og derefter tilsættes fortyndet Svovlsyre til sur Reaktion (der medgaar ca. 15 cm³). Ved Svovlsyretilsætningen udfældes Fedtsyrerne, idet Sæben og Svovlsyren omsætter sig med hinanden efter følgende Reaktionsligning.



Blandingen opvarmes under Omrøring til henimod Kogning og henstilles i koldt Vand til fuldstændig Afkøling. De smeltede Fedtsyrer samler sig som et Lag ovenpaa Vædsken og størkner efter Afkøling til en fast Kage, der udtages og anvendes til Prøverne for Fedtsyrer Pag. 15.

Vædsken, der indeholder Kaliumsulfat, Svovlsyre og Glycerin, filtreres og anvendes til

Paavisning af Glycerin: Vædsken neutraliseres med Kaliumkarbonatopløsning og inddampes, i Begyndelsen over fri Flamme (Skaalen stilles paa Traadnet) til Slut paa Vandbad, til Tørhed. Efter Afkøling tilsættes 10 cm³ Vinaand, og Krystallerne trykkes i Stykker med en Glasspatel, idet der samtidig omrøres. Vinaanden opløser Glycerinet, men kun et Spor af Kaliumsulfatet (Sulfater er yderst tungtopløselige i Vinaand). Der filtreres, Skaal og Krystaller udvaskes med 2 Portioner Vinaand à 5 cm³, og de samlede Filtrater henstilles paa Vandbad, saa Vinaanden fordamper. Den gule tykflydende Vædske, der bliver tilbage, bestaar hovedsagelig af Glycerin, dog indeholdes endnu lidt Kaliumsulfat. For at fjerne den sidste Rest Kaliumsulfat opløses den afkølede Inddampningsrest i 5 cm³ Vinaand, og der tilsættes 5 cm³ Æter; efter omhyggelig Omrøring filtreres, og Filtratet henstilles i en Skaal paa Sandbad til Æterafdampning, indtil Æteren er bortdampet, og derefter afdampes Vinaanden paa Vandbad. Tilbage bliver nu en næsten farveløs tykflydende Vædske, som bestaar af næsten rent Glycerin.

Forsøg 7. a) Udtag med en Glasspatel en Draabe og konstater, at Glycerin smager sødt.

b) Resten i Skaalen blandes med 2 Spatelfulde pulveriseret Fosforsyre, bringes over i et Reagensglas og ophedes. Der fremkommer en meget kraftig Lugt af Akrolein.

Fedtsyrer.

Til Prøverne for Fedtsyrer anvendes Fedtsyrerne fra Pag. 14. De maa først renses for vedhængende Svovlsyre: de overhædes i Bægerglasset med ca. 100 cm³ kogende Vand, omrøres et Par Minutter med en Glasspatel, og naar de smeltede Fedtsyrer derefter har samlet sig ovenpaa Vandet, afkøles. De størknede Fedtsyrer udtages af Bægerglasset som en fast Kage og befries for vedhængende Vanddraaber ved Aftørring med Filtrerpapir.

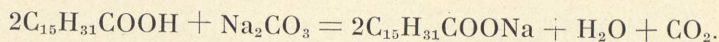
Forsøg 1. 0,2 g Fedtsyrer rystes med ca. 5 cm³ Æter. De opløses. Til Opløsningen sættes 2 Rumfang Vinaand, og der omrystes. *Vædsken holder sig absolut klar.* Smlgn. Fedtstofferne Forsøg 1, Pag. 12.

Forsøg 2. 0,2 g Fedtsyrer opløses ved Omrystning med 10 cm³ Vinaand (Opløsningsprocessen fremskyndes ved svag Opvarmning). Til Opløsningen sættes 10 Draaber Lakmusopløsning; der fremkommer tydelig rød Farve — Reaktion paa fri Syre. Syremængden bestemmes ved Titring med $\frac{1}{5}$ n. Natriumhydroxydopløsning. Der medgaar ca. 5 cm³. Sammenlign Forsøgsresultaterne her og i det tilsvarende Forsøg med Fedtstofferne, Forsøg 2, Pag. 12.

Forsøg 3. 0,2 g Fedtsyrer ophedes i et Reagensglas med 2 Spatelfulde Fosforsyre. *Der fremkommer ingen Lugt af Akrolein.*

Forsøg 4. *Bestemmelse af Syrens Smeltepunkt:* En lille Del af Fedtsyrerne anbringes paa et Urglas og opvarmes til Smeltning. I den smeltede Masse rulles Termometrets Kvægsølvbeholder, som herved overtrækkes med et Lag Fedtsyrer, der hurtigt størkner og bliver uigennemsigtig. Termometret anbringes derefter i et Bægerglas med koldt Vand, og der opvarmes over et svagt Blus, indtil Syren smelter, samtidig aflæses Temperaturen.

Forsøg 5. 2 g Fedtsyre opvarmes i Bægerglasset med 30 cm³ Vand til Kogning, hvorpaa der lidt efter lidt og under Omrøring tilsættes Natriumkarbonatopløsning (ialt 7—8 cm³). Der fremkommer en klar Opløsning (sm.lgn. Fedtstofferne Forsøg 4, Pag. 13), idet Fedtsyrerne omdannes til Sæbe:



Kulsyreudviklingen ses mindre tydelig paa Grund af Skumningen. Opløsningen anvendes til nedenstaaende under Sæber beskrevne Forsøg.

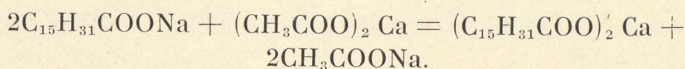
Sæber.

Under Navnet Sæber sammenfattes Fedtsyrernes Metal-salte. Sæberne er uopløselige i Vand med Undtagelse af Alkali-sæberne. Naar der i det følgende tales om Sæber uden nærmere Betegnelse, menes Alkalisæber.

Fremstilling af Natronsæber: Hertil anvendes Opløsningen fra ovenstaaende Forsøg 5. Opløsningen indeholder foruden Sæbe tillige Natriumkarbonat. Sæben adskilles herfra ved *Udsaltning*. Denne beror paa, at Sæben er tungere opløselig i Opløsninger af Natriumsalte end i Vand (jvfr. fra den uorganiske Kemi Begrebet »Opløselighedsprodukt«). Til Opløsningen sættes 10 cm³ 20 pCt. Natriumkloridopløsning, og der opvarmes til Kogning og afkøles under Omrøring. Den udskilte Sæbe koleres fra paa et Stykke Gaze, og Vædsken frapresses ved Vridning af Gazen. Sæben opslemmes i 50 cm³ 20 pCt. Natriumkloridopløsning, fraskilles som før ved Kolering og svag Presning, opslemmes endelig i 50 cm³ Vand og skilles fra Vandet ved Kolering og Presning.

Af den herved vundne fugtige Sæbemasse opløses 0,5 g ved Opvarmning med 20 cm³ Vand, og man faar da en fuld-stændig klar Opløsning, der anvendes til

Forsøg 1. Til en Del af Opløsningen sættes nogle Draaber Kalciumacetatopløsning; der fremkommer et hvidt Bundfald. Det bestaar af Kalksæbe, som er uopløselig i Vand:



Forsøg 2.

- a) Til 20 cm³ destilleret Vand sættes 2 cm³ af Sæbeopløsningen, og der omrystes kraftigt.

Resultat: Vædsken skummer stærkt og holder sig klar.

- b) Forsøget gentages med Vandværksvand.

Resultat: Vædsken skummer ikke, men bliver uklar, idet de i Vandværksvandet indeholdte Kalciumsalte udfælder Sæben som Kalksæbe.

Andre Egenskaber:

Alkalisæberne er uopløselige i Æter.

— er opløselige i Vinaand.

Om Forhold overfor Syrer se Forsøg 6, Pag. 13—14.

Udfyld for en Oversigts Skyld følgende Tabel:

	Den æteriske Opløsnings Forhold over- for Vinaand	Forhold ved ved Kogning med Natrium- karbonatopl.	Forhold ved Ophedning med pulveris. Fosforsyre	Forhold ved Titration med $\frac{1}{2}n\text{NaOH}$
Fedtstoffer				
Fedtsyrer				

3die Øvelse.**Kulhydrater.**

De simplest byggede Kulhydrater, *Monosakkariderne*, er i kemisk Henseende Aldehyd- eller Keton-Alkoholer. *Disakkarider* og *Polysakkarider* er Anhydrider af Monosakkarider. Af Grundstoffer indeholder de Kulstof, Brint og Ilt. Forholdet mellem Antallet af Brintatomer og Iltatomer er som 2 til 1 ligesom i Vand, deraf Navnet Kulhydrater.

Ved Kogning med fortyndede Syrer eller ved Indvirkning af Enzymer hydrolyseres Disakkarider og Polysakkarider, idet

Slutningsspaltningssproduktet bliver de Monosakkarider, hvoraf vedkommende Kulhydrat er opbygget.

Af Kulhydrater skal her omtales: Druesukker, Rørsukker, Stivelse og Gummi.

Opløselighed:

I Æter er de alle uopløselige.

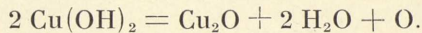
I Vinaand opløses Druesukker og Rørsukker. Stivelse og Gummi er uopløselige.

I Vand er Druesukker og Rørsukker opløselige. Gummi danner en kolloidal Opløsning. Stivelse er uopløselig i koldt Vand, men ved Kogning gaar det ihvertfald delvis i kolloidal Opløsning.

Druesukker.

Druesukker, Dextrose eller Glukose, er et Monosakkarid med 6 Kulstofatomer (Hexose). Det virker reducerende overfor varme alkaliske Opløsninger af Kuprisalte (Fehlings Vædske), Vismutsalte (Almén's Reagens) og flere andre Metal-salte. Ved Indvirkning af Gær spaltes Druesukker i Ætyl-alkohol og Kuldioxyd.

Forsøg 1. En halv Snes cm^3 *Fehlings Vædske*¹⁾ opvarmes til Kogning i et Reagensglas; der tildryppes nogle Draaber af en 1 pCt. Druesukkeropløsning og koges et Øjeblik. Der fremkommer et lysegult Bundfald, der ved kort Tids Kogning antager en teglstensrød Farve. Det røde Bundfald bestaar af Kuprooxyd; Druesukkeret har reduceret den basiske Opløsning af Kuprisaltet til Kuprooxyd.



Denne Reaktion benyttes sædvanlig til Paavisning af Druesukker i Urin, men da Urinsyre (se Forsøg 1, Pag. 41) og visse andre normale Bestanddele af Urinen udøver en ringe Reduktion, benytter man, hvis man er i Tvivl om, at Reaktionen er positiv, Almén's Prøve.

¹⁾ Fehlings Vædske tilberedes hver Gang, den skal benyttes: Man sammenblander 1 Rumfang Kuprisulfatopløsning, 1 Rumfang Vinsyreopløsning og 3 Rumfang Natriumhydroxydopløsning. Fehlings Vædske skal reagere tydelig alkalisk og være af dyb blaa Farve.

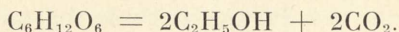
Forsøg 2. Til ca. 10 cm³ af en 1 pCt. Druesukkeropløsning sættes 1 cm³ *Almén's Reagens*, og Blandingen koges i 3—4 Minutter under Omrøring med en Glasspatel for at forhindre, at Vædsken ved Stødkogning slynges ud af Reagensglasset. Vædsken farves først gul, til Slut bliver den brunsort, og ved Henstand udskilles et sort Bundfald. Det sorte Bundfald bestaar af Vismutunderilte eller metallisk Vismut, dannet af den basiske Vismutsaltopløsning ved, at Druesukkeret har virket reducerende.

Forsøget gentages med en 1. ⁰/₁₀₀ Druesukkeropløsning.

Efter Brugen af flere Lægemidler, f. Ex. Rhabarber, Antipyrin, Salol Terpentolinolie og visse svovlholdige Lægemidler bliver Reaktionen ikke paa-lidelig.

Forsøg 3. Forgæringsforsøg.

I et Reagensglas rystes 20 cm³ 10 pCt. Druesukkeropløsning sammen med lidt Pressegær, opslemmet i et Par cm³ Vand. Reagensglasset forsynes med en Prop med et ombøjjet Afledningsrør. Afledningsrøret sænkes ned i et Reagensglas med Kalkvand. Efter 1 Times Forløb er Processen godt i Gang.



Den udviklede Kuldioxyd bobler gennem Kalkvandet, og der fremkommer en Udfældning af Kalciumkarbonat. Efter et Døgns Henstand underkastes Vædsken en Destillation, og de første 2—3 cm³ opsamles. Nogle Draaber heraf udgnides i Haanden, og man iagttager Lugten af Vinaand. Med Resten anstilles Reaktionen for Vinaand med Jod og Natriumhydroxyd (se Forsøg 1. Pag 53):

Forsøg 4. Kvantitativ Bestemmelse af Druesukker ved Gæring.

Hertil anvendes bedst et Lohnsteins Sakkarimeter.

Paa Apparatet hældes Glycerin gennem det lange Rør, indtil Kuglen (b) er fyldt hermed. I det bøjede Rør (a) anbringes 0,5 cm³ af den Vædske, hvis Sukkerindhold skal bestemmes, f. Ex. Urin, og der tilsættes 2—3 Draaber af en Gæropslemning. Proppen indsmøres med Hanefedt og paasættes, idet man sørger for, at Glycerinet kommer til at staa nøjagtig ved Manometer-rørets Nulstreg. Apparatet henstilles ved almindelig Stuetem-

peratur i 24 Timer, hvorved Druesukkeret forgærer fuldstændig. Den herved udviklede Kuldioxyd vil presse Glycerinet over i Manometerrøret, hvis Inddelinger ved Justering er fastsat saaledes, at Druesukkerprocenten direkte aflæses.

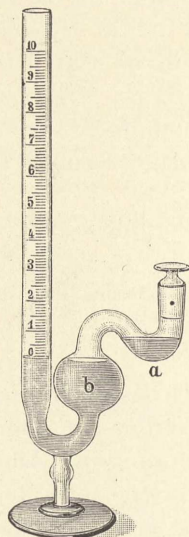
Det er en Selvfølge, at Vædsken ikke maa reagere basisk, i saa Tilfælde neutraliseres først.

Druesuktermængden bestemmes i en udleveret Druesukkeropløsning.

Rørsukker.

Rørsukker er et Disakkarid. Det er et Anhydrid af Monosakkariderne Druesukker og Frugtsukker, der begge er Hexoser. Rørsukkerets Formel bliver saaledes $C_{12}H_{22}O_{11}$. Det reducerer hverken Fehlings Vædske eller Alméns Reagens. Ved Kogning med fortyndede Syrer hydrolyseres det til Druesukker og Frugtsukker.

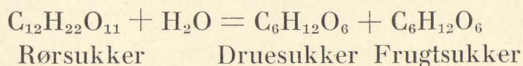
Forsøg 1. Undersøg om en Rørsukkeropløsning reducerer Fehlings Vædske.



Lohnsteins
Sakkarimeter.

Forsøg 2. 10 cm^3 1 pCt. Rørsukkeropløsning koges 2—3 Minutter med 1 cm^3 fortyndet Saltsyre; der neutraliseres med Natriumkarbonatopløsning, og man undersøger, om Blandingen reducerer FehlingsVædske.

Bring Resultaterne af Forsøg 1 og 2 i Overensstemmelse med Processen, der foregaar ved Kogningen af Rørsukkeropløsningen med fortyndet Syre.



Stivelse

er et Polysakkarid, som udelukkende er opbygget af Druesukker. Ved Kogning med fortyndede Syrer hydrolyseres det; Slutningsspaltningensproduktet er Druesukker, men som Mellemed dannes forskellige Polysakkarider, der med et fælles Navn kaldes Dextriner, og endvidere Disakkaridet, Maltose. En lignende Spaltning af Stivelsen foregaar under Fordøjelsen

ved Indvirkning af Spyttets, Pankreassaftens og Tarmsaftens Enzymer. Stivelse farves blaa af Jod, opløst i en Kaliumjodidopløsning, de fleste Dextrinarter farves mørkerøde; Maltose reducerer Fehlings Vædske.

1 g Stivelse opslemmes i et Par cm^3 koldt Vand, og der paaehædes 100 cm^3 kogende Vand; der koges et Par Minutter, og den herved vundne højst uklare Stivelseopløsning anvendes til Forsøgene 1 og 2.

Forsøg 1. Til lidt af den afkølede Stivelseopløsning sættes 1 Draabe *fortyndet* Jodopløsning. Vædsken farves stærkt blaa. Der opvarmes til henimod Kogning og afkøles. Den blaa Farve forsvinder ved Opvarmning, men kommer igen ved Afkøling. Vædsken maa ikke koges, thi under Kogningen kan Jodet fordampe, og Farven kommer da naturligvis ikke igen ved Afkøling.

Forsøg 2. *Hydrolyse af Stivelse ved Indvirkning af Syre:*

20 cm^3 kogende Stivelseopløsning blandes med 2 cm^3 fortyndet Saltsyre og henstilles i et Reagensglas paa kogende Vandbad. Hvert 5te Minut udtages et Par cm^3 af Vædsken, og hermed anstilles: 1) Reduktionsprøve med Fehlings Vædske, 2) Jodreaktion.

Reduktionsprøven, der strax er negativ, bliver positiv og til Slut meget kraftig. Jodreaktionen er strax blaa, bliver derefter violet, rød og til Slut forsvinder ogsaa den røde Farve (efter ca. $\frac{1}{2}$ Times Forløb).

Forsøg 3. *Hydrolyse af Stivelse ved Indvirkning af Spyt:*

Hertil benyttes en klar 1 pCt. Stivelseopløsning, som staar fremme i Laboratoriet; den er tilberedt af opløselig Stivelse. 20 cm^3 af Opløsningen blandes i et Reagensglas med 2 cm^3 Spyt, og Blandingen henstilles i et Bægerglas, fyldt med 40° varmt Vand, hvis Temperatur under Forsøget holdes ved ca. 40°. Hvert 5te Minut udtages Prøver til Reduktionsprøve med Fehlings Vædske og til Jodprøven. Resultatet bliver som i Forsøg 2.

Gummi.

Arabisk Gummi bestaar af Kalium-, Kalcium- og Magniumsalte af Arabinsyren. Arabinsyren er et Polysakkarid, op-

bygget dels af Pentoser (Arabinose), dels af Hexoser (Galaktose og Dextrose). Det efterlader ved Glødning kun en ringe Mængde Aske. Det reducerer ikke Fehlings Vædske, men hydrolyseres ved Kogning med fortyndede Syrer under Dannelse af reducerende Monosakkarider. Særlig karakteristisk for Gummi er, at det med Vand danner en slimet og klæbende Vædske, der har stor Evne til at holde andre Stoffer opslemmet. Udrives et fast uopløseligt Stof med en Gummiopløsning af nogenlunde stor Koncentration, bundfældes det meget langsomt, og det lader sig heller ikke fraskille ved Filtrering. Foretages Udfældning af et uopløseligt Stof i en Gummiopløsning, vil man faa Stoffet særlig fint opslemmet. Mængden af det udfældede Stof og Gummiopløsningens Koncentration spiller dog en stor Rolle, hvad Opslemningens Holdbarhed angaar.

Den kolloide Gummiopløsning virker som *Beskyttelses-kolloid*.

En Gummiopløsning fældes af basisk Blyacetatopløsning, men ikke af normalt Blyacetat.

Forsøg 1. Med en 1 pCt. Gummiopløsning foretages Reduktionsprøven med Fehlings Vædske.

Forsøg 2. 10 cm³ 1 pCt. Gummiopløsning koges i 3—4 Minutter med 1 cm³ fortyndet Saltsyre; efter Neutralisation med Natriumkarbonatopløsning foretages Reduktionsprøven med Fehlings Vædske.

Resultaterne af Forsøg 1 og 2 sammenlignes med de tilsvarende Forsøg med Rørsukker og Stivelse.

Forsøg 3.

- a) Til 10 cm³ 1 ‰ Gummiopløsning sættes 1 *Draabe* Blyacetatopløsning; der omrystes, tilsættes nogle cm³ Ammoniumsulfid og filtreres. Det dannede Blyulfid lader sig ikke frafiltrere; Filtratet er kaffebrunt.
- b) 5 cm³ 1 pCt. Gummiopløsning + 5 cm³ Blyacetatopløsning sammenrystes; der tilsættes nogle cm³ Ammoniumsulfid og filtreres. Blyulfidet frafiltreres let, og Filtratet har en gul Farve, som hidrører fra Ammoniumsulfidet.

Gummi kan ifølge a) og b) paavises i yderst ringe Mængde ved Hjælp af Blyacetat og Ammoniumsulfid, naar der kun an-

vendes en ringe Mængde Blyacetat; men Reaktionens Anvendelighed forringes ved, at andre Stoffer, f. Ex. Albumin, udviser lignende Forhold.

Forsøg 4. Til en 1 pCt. Gummiopløsning sættes en Opløsning af basisk Blyacetat. Der fremkommer et Bundfald; dette frafiltreres, udvaskes og opslemmes i Vand, og der tilsættes Ammoniumsulfid; det dannede Blyulfid kan ikke frafiltreres. Filtratet ser ud som sort Kaffe.

Analysen.

Uorganiske Stoffer. I de Stofblandinger, der udleveres til Undersøgelse efter Gennemgang af 1ste, 2den og 3die Øvelse søges for de uorganiske Stoffer efter Pag. 7—10, idet dog Salpetersyre ikke gives, og Klorbrinte, Svovlsyre og Fosforsyre kun søges i Glødningsresten.

Det æteriske Udtræk kan indeholde *Fedtstoffer* eller *Fedtsyrer*. Med lidt af Udtrækket foretages Prøven for Fedtstof ved Tilblanding af 2 Rmfg. Vinaand.

Resten af det æteriske Udtræk bringes sammen med 10 cm³ Vand i en Porcellænsskaal og henstilles paa Sandbad til Æterafdampning, indtil al Æter er bortdampet. Tilstedeværende Fedtstoffer eller Fedtsyrer vil efter Afdampning af Æteren svømme ovenpaa Vandet. Efter Afkøling undersøges det størknede Stof ved sit Forhold overfor Natriumkarbonat, Akroleinprøven og ved Titring af 0,1 g med $\frac{1}{5}$ n Natriumhydroxydopløsning. Ved disse Prøver vil det ikke volde nogen Vanskelighed at afgøre, om der foreligger Fedtstoffer eller Fedtsyrer. Hvis man har med Fedtsyrer at gøre, bestemmes Smeltepunktet direkte.

Foreligger der Fedtstof, forsæbes ca. 0,1 g med 3—4 Draaber 50 pCt. Kaliumhydroxydopløsning og et Par cm³ Vinaand (se Pag. 13); Syrerne frigøres med fortyndet Svovlsyre,

udvadskes ved Rystning med kogende Vand, og Smeltepunktet af Syrerne bestemmes.

Det vinaandige Udtræk, der kan indeholde *Druesukker*, *Rørsukker* og *Sæbe*, fortyndes med noget Vand, og Vinaanden bortkoges over fri Flamme i en Porcellænskaal, der stilles paa Traadnet; det er nødvendigt at faa al Vinaanden bortkogt. Den fremkomne Vædske benyttes til følgende Prøver:

- 1) *En lille Del prøves for Sæbe* ved Tilsætning af fortyndet Svovlsyre i Overskud. Findes Sæbe, vil der fremkomme Udfældning af Fedtsyrer. Er Vædsken kold, vil Fedtsyrerne udskilles som et fint Pulver, der ved Opvarmning smelter og samler sig til en stor Draabe eller et helt Lag ovenpaa den vandige Vædske. Fedtsyrernes Smeltepunkt bestemmes, idet de dog først udvadskes ved Rystning med kogende Vand.
- 2) *Resten benyttes til Prøve for Druesukker og Rørsukker*. Hvis der ikke findes Sæber, kan Opløsningen benyttes uden videre; i modsat Fald fjernes Sæben, idet Vædsken udrøres med 1—2 Spatelfulde Kalciumhydroxyd; man maa overbevise sig om, at Vædsken bliver alkalisk (Prøve med Kurkumapapir). Ved denne Behandling omdannes Sæberne til de uopløselige Kalksæber, og Sukkerarterne til opløselige Kalciumsakkarater. Der filtreres; Filtratet fældes med Kuldioxyd i Overskud, opvarmes til Kogning og filtreres fra det herved udfældede Kalciumkarbonat. Den frafiltrerede Vædske benyttes til Prøverne.

Druesukker: I en lille Del af Vædsken søges for Druesukker ved Reduktionsprøven med Fehlings Vædske.

Rørsukker: Hvis Druesukker ikke findes, prøves i en anden Del af Vædsken for Rørsukker ved Hydrolyseprøven efter 2) Pag. 20.

Hvis derimod Druesukker findes, iltes dette først fuldstændig, idet en lille Del af Vædsken koges et Par Minutter med Fehlings Vædske i Overskud; det udfældede Kuprooxyd frafiltreres, og til Filtratet, der skal være af dyb blaa Farve,

sættes fortyndet Svovlsyre, indtil Vædskens Farve slaar om fra blaa til grøn; Vædsken er da sur, og der koges nu i 5 Minutter, hvorved mulig tilstedeværende Rørsukker vil hydrolyseres; endelig overmættes med Natriumhydroxydopløsning, hvorved Fehlings Vædske gendannes, og saafremt Rørsukker har været til Stede, udfældes der Kuprooxyd.

Det vandige Udtræk undersøges for *Gummi*, ved Fældning med basisk Blyacetat og Behandling af Bundfaldet med Ammoniumsulfid, (efter 4, Pag. 23).

Den uopløste Rest undersøges for *Stivelse* ved Jodprøven og Hydrolyseprøven (efter 1. og 2. Pag. 21).

4de Øvelse.

Salicylsyre, Garvesyre, Vinsyre og Oxalsyre.

Salicylsyre, $\text{o}\cdot\text{C}_6\text{H}_4$ $\begin{matrix} \text{OH} \\ \text{COOH} \end{matrix}$ (Orto-Oxybenzoesyre).

Salicylsyre danner hvide, naaleformede Krystaller, der er ietopløselige i Æter, Vinaand og kogende Vand; endvidere er den opløselig i Fedtstoffer (særlig let i Ricinusolie), men i koldt Vand opløses den kun i ringe Grad (1—500). De vigtigste Egenskaber vil fremgaa af følgende Forsøg:

Forsøg 1. Opløseligheden i Vand:

0,5 g Salicylsyre rystes med 20 cm³ Vand; Blandingen opvarmes til henimod Kogning og afkøles. Salicylsyren gaar først i Opløsning under Opvarmning og udskilles igen ved Afkøling; Salicylsyre er altsaa tungtopløselig i koldt Vand. De udfældede Krystaller frafiltreres og anvendes til Forsøg 3; Filtratet, der er en mættet vandig Opløsning af Salicylsyre, anvendes til Forsøgene 2 a og 2 b.

Forsøg 2. Salicylsyre giver Fenolreaktioner:

- a) *med Ferriklorid*: Til nogle cm³ af Filtratet sættes 1 Draabe Ferrikloridopløsning, hvorved Vædsken antager en stærk blaaiolet Farve (Smlgn. Garvesyre og Morfin). Reaktionen forhindres af stærke Syrer.

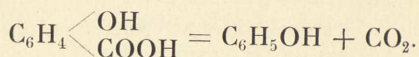
- b) *med Millons Reagens*: Til 5 cm³ af Filtratet sættes lige Rumfang Millons Reagens, hvorved der fremkommer et hvidt Bundfald; Blandingen koges i 2—3 Minutter og afkøles derefter; under Kogningen opløses det udfældede Stof, Vædsken farves rød, og ved Afkøling udskilles et rødt Bundfald.

Forsøg 3. *Salicylsyre er flygtig med Vanddampe:*

Salicylsyrekrystallerne fra Forsøg 1 bringes i Fraktionskolben sammen med 8—10 cm³ Vand, og Blandingen underkastes en Destillation, indtil 5 cm³ er overdestilleret. Destillatet afkøles godt, og eventuelt gnides Reagensglassets Sider med en Glasspatel; herved udskilles Krystaller, der ved Reaktionerne med Ferriklorid og Millons Reagens identificeres som Salicylsyre.

Forsøg 4. *Salicylsyre spaltes ved Ophedning under Dannelse af Fenol:*

Lidt Salicylsyre ophedes i et Reagensglas. Ved forsigtig Ophedning smelter og sublimerer den; ved kraftig Ophedning indtræder en ringe Brankning, og der fremkommer en stærk Fenollugt, begrundet paa følgende Spaltning:



(Smlgn. hermed Fremstillingen af Salicylsyre ud fra Natriumfenolat og Kuldioxyd).

Garvesyre.

Garvesyre danner et svagt gulligt, glinsende, amorft Pulver, der er letopløseligt i Vinaand og Vand; i Æter opløses det kun i ringe Grad. Ved Kogning med fortyndede Syrer hydrolyseres den under Dannelse af Glukose og Gallussyre, $\text{C}_6\text{H}_2 \begin{array}{l} \langle \text{COOH} \\ (\text{OH})_3 \end{array}$. Med Lim og Æggehvdestoffer danner den uopløselige Forbindelser og anvendes derfor til Garvning; med Alkaloider danner den ogsaa uopløselige Forbindelser og anvendes der-

for som Modgift ved Alkaloidforgiftninger. Af andre Egenskaber fremhæves:

Forsøg 1. *Garvesyre giver Fenolreaktion med Ferriklorid.*

Til nogle cm^3 af en 1 pCt. Garvesyreopløsning sættes 2—3 Draaber Ferrikloridopløsning; der fremkommer et blaat Bundfald. Reaktionen forhindres af stærke Syrer.

Forsøg 2. *Garvesyre reducerer Fehlings Vædske:*

Reduktionsprøven anstilles paa sædvanlig Maade med en 1 pCt. Garvesyreopløsning.

Forsøg 3. *Garvesyre iltes i alkalisk Vædske af Luftens Ilt under Dannelse af mørkt farvede Stoffer:*

- a) Lidt 1 pCt. Garvesyreopløsning rystes med Natriumhydroxydopløsning og Luft; Vædsken antager strax en rødbrun Farve, der lidt efter lidt bliver mørkebrun.
- b) Til lidt af en 1 pCt. Garvesyreopløsning sættes Baryumhydroxyd draabevis. Der fremkommer da først et hvidt Bundfald af Baryumtannat (Garvesyrens Salte kaldes Tannater), men, naar der er tilsat et Overskud af Baryumhydroxyd, antager Bundfaldet først en grøn Farve, og ved Rystning med Luft bliver Bundfaldet til Slut næsten sort.
- c) Til 20 cm^3 1 pCt. Garvesyreopløsning sættes $\frac{1}{2}$ Spatelfuld Kalciumhydroxyd, der forud er opslemmet i ca. 5 cm^3 Vand; Blandingen varmes ganske svagt og rystes med Luft. Efter et Par Minutters Forløb filtreres. Filtratet fældes med Kuldioxyd i Overskud, koges og filtreres, og med Filtratet anstilles Forsøgene 1. og 2., *hvorved det konstateres, at Garvesyren er fjernet af Opløsningen.*

Forsøg 4. *Garvesyre fældes ikke af Blyacetat i en Vædske, der indeholder 15 pCt. Eddikesyre (smlgn. Vinsyre og Oxalsyre).*

- a) Til en 1 pCt. Garvesyreopløsning sættes Blyacetat; der fremkommer Bundfald af Blytannat.
- b) 5 cm^3 1 pCt. Garvesyreopløsning blandes med 5 cm^3 30 pCt. holdig Eddikesyre; til denne Vædske sættes en Blanding af

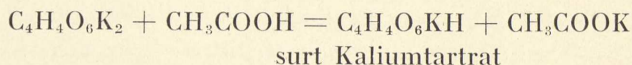
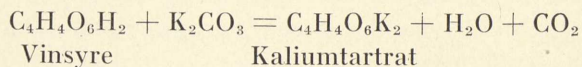
lige Rumfang 30 pCt. holdig Eddikesyre og Blyacetat (denne Blanding kaldes i det følgende Blyacetat-Eddikesyre). Der fremkommer ikke Bundfald.

Vinsyre, COOH·CHOH·CHOH·COOH.

Vinsyre er i kemisk Henseende Dioxysyre til Ravsyre. Da den indeholder 2 asymmetriske Kulstofatomer, optræder den i 4 stereoisomere Former. Den her omhandlede er den højredrejende Vinsyre eller *d-Formen*. Vinsyre er en tobasisk Syre; dens normale Salte kaldes Tartrater. Vinsyre opløses i Vand og Vinaand, men kun i ringe Grad i Æter. Surt Kaliumtartrat er tungtopløseligt i Vand, og næsten uopløseligt i 45 pCt. holdig Vinaand. Tartrater reducerer ammoniakalske Sølvsaltopløsninger til metallisk Sølv. Vinsyre fældes af Blyacetat i en Vædske, der indeholder 15 pCt. Eddikesyre.

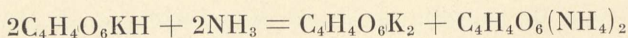
Forsøg 1. Fremstilling af surt Kaliumtartrat.

Til 5 cm³ 1 pCt. Vinsyreopløsning sættes Kaliumkarbonatopløsning til basisk Reaktion; derefter gøres Vædsken sur med 30 pCt. holdig Eddikesyre, og der tilsættes 1 cm³ extra samt 2 Rumfang Vinaand. Blandingen henstilles $\frac{1}{2}$ Time, idet Glassets Sider af og til gnides med en Glasspatel, og Vinsyren vil herved udfældes som surt Kaliumtartrat:



Forsøg 2. Reduktionsproven med ammoniakalsk Sølvnitrat.

- a) Hertil anvendes Halvdelen af det sure Kaliumtartrat fra Forsøg 1. Det frafiltreres, udvaskes med 45 pCt. holdig Vinaand og sprøjtes — idet der stikkes Hul paa Filtret — ved Hjælp af nogle faa cm³ Vand ned i en Porcellænskaal. Der tilsættes nogle faa Draaber Ammoniakvand, hvorved det sure Kaliumtartrat opløses, idet der dannes Kaliumtartrat og Ammoniumtartrat.



Vædsken koges, indtil Overskud af Ammoniak er fjernet, og til Opløsningen, som bringes over i et Reagensglas, sættes Sølvnitrat, indtil der fremkommer et blivende Bundfald af Sølvtrartrat (det først fremkomne Bundfald forsvinder ved Omrystning, da Sølvtrartrat er opløseligt i Alkalitartrater); herefter tilsættes Ammoniakvand *draabevis*, indtil Sølvtrartratet netop gaar i Opløsning (et større Overskud af Ammoniak end 1 Draabe bør undgaas), og Vædsken opvarmes nu i en Gasflamme, hvorved der fremkommer en Udfældning af metallisk Sølv, der afsætter sig som en spejlende Belægning paa Reagensglassets Sider. Vinsyren iltes, og Sølvsaltet reduceres.

- b) Den anden Halvdel af det sure Kaliumtrartrat omdannes, som beskrevet under a) til en Opløsning af Kalium- og Ammoniumtrartrat, og til denne Opløsning sættes Kalciumacetat, hvorved der fremkommer et amorft Bundfald af Kalciumtrartrat. Dette bringes i Opløsning ved Tilsætning af Ammoniumkloridopløsning, men i Løbet af nogle faa Minutter udskilles det i krystallinsk Form. Efter Udvadskning skal lidt af det udfældede krystallinske Kalciumtrartrat med Sølvnitrat og 1 Draabe Ammoniakvand frembringe Sølvspejl ved Opvarmning.

Forsøg 3. *Blytrartrat er uopløseligt i 15 pCt. holdig Eddikesyre.*

Til 5 cm³ 1 pCt. Vinsyreopløsning + 5 cm³ 30 pCt. Eddikesyre sættes Blyacetat-Eddikesyre, hvorved der fremkommer et voluminøst Bundfald af Blytrartrat. Blandingen opvarmes til Kogning, hvorved Blytrartratet gaar over i en krystallinsk og tættere Form, der lettere lader sig udvadske. Naar Vædsken afkøles og henstilles ¹/₂ Time, vil Vinsyren være fuldstændig udfældet.

Oxalsyre, (COOH)₂.

Oxalsyre forkuller ikke ved Ophedning; dens Salte forkuller heller ikke eller giver kun en meget ringe Mængde Kul ved Ophedning. Den virker kraftig reducerende overfor visse

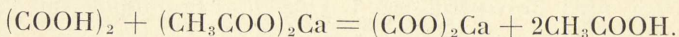
Stoffer, som Blyoverilte, Manganoverilte, Manganoversyre; derimod angribes den ikke af et saa kraftigt Iltningsmiddel som Salpetersyre, og heller ikke af ammoniakalsk Sølvnitratopløsning (smlgn. Vinsyren). Dens normale Salte kaldes Oxalater.

Surt Kaliumoxalat er tungtopløseligt i eddikesur Vædske og vil i Analysen kunne udfældes sammen med surt Kaliumtartrat; men ved Udvadskning med 45 pCt. holdig Vinaand gaar det sure Kaliumoxalat i Opløsning i Modsætning til det sure Kaliumtartrat.

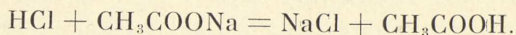
Kalciumoxalat er praktisk talt uopløseligt i Vand, Eddikesyre og Ammoniakvand, men opløseligt i Saltsyre og Salpetersyre. Blyoxalat er uopløseligt i 15 pCt. holdig Eddikesyre. Selve Oxalsyren opløses i Vand og Vinaand, men kun i ringe Grad i Æter.

Forsøg 1. *Fremstilling af Kalciumoxalat.*

10 cm³ 1 pCt. Oxalsyreopløsning opvarmes i en Porcellænskaal til Kogning, og til den koghede Vædske sættes 1 Draabe Kalciumacetatopløsning; naar den herved fremkomne Fældning af Kalciumoxalat har samlet sig, fortsættes Tildrypningen af Kalciumacetat meget langsomt, indtil al Oxalsyre er udfældet.



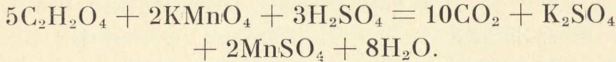
Kalciumoxalatet frafiltreres, udvadskes og opløses i lidt fortyndet Saltsyre, og til denne Opløsning sættes Natriumacetatopløsning i Overskud, hvorved Kalciumoxalat atter udfældes, idet Natriumacetatet omsætter sig med den frie Saltsyre, saa Vædsken bliver eddikesur.



Forsøg 2. *Blyoxalat er uopløseligt i 15 pCt. holdig Eddikesyre (smlgn. Vinsyre og Garvesyre).*

Forsøget foretages med en 1 pCt. Oxalsyreopløsning nøjagtig som i det tilsvarende Forsøg med Vinsyre (Forsøg 3. Pag. 29). Blyoxalatet samler sig ved Opvarmning, idet det omdannes til en krystallinsk Form.

Forsøg 3. 10 cm³ 1 pCt. Oxalsyreopløsning + 5 cm³ fortyndet Svovlsyre + 2 cm³ Kaliumpermanganatopløsning bringes i et Reagensglas med Prop og Afledningsrør, der føres i Kalkvand. Blandingen opvarmes, hvorved den affarves under stærk Kulsyreudvikling; der udfældes Kalciumkarbonat. Kaliumpermanganatet reduceres til Manganosalt; Oxalsyren iltes til Kuldioxyd.



Forsøget gentages med en større Mængde Kaliumpermananat; der fremkommer da en Udfældning af Manganoveriltehydrat; tilsættes der derefter noget mere Svovlsyre og Oxalsyre, reduceres Manganoveriltehydratet under Dannelse af Manganosalt.

Analysen.

Uorganiske Stoffer. Undersøgelsen foretages som beskrevet Pag. 7—10. Hvis Svovlsyre eller Fosforsyre findes i Glødningsresten, maa disse Syrer nu tillige søges under de kalkfældende Syrer (Vinsyre, Oxalsyre, Fosforsyre og Svovlsyre)¹⁾ i det vandige Udtræk og den uopløste Rest.

Organiske Stoffer. Undersøgelsen omfatter nu, foruden de tidligere gennemgaaede Stoffer, ogsaa Salicylsyre og Garvesyre, der kun gives som frie Syrer; endvidere Vinsyre og Oxalsyre, der dels gives som frie Syrer, dels som Ammonium- og Alkalisalte, sjældnere som Kalcium, Magnium eller Blysalte.

Det æteriske Udtræk

kan nu indeholde: *Fedtstoffer*, *Fedtsyrer* eller *Salicylsyre*, samt en ringe Mængde *Garvesyre*, *Vinsyre* og *Oxalsyre*. Det æteriske Udtræk overføres paa Vand, hvorved de 3 førstnævnte Stoffer vil udfældes, de 3 sidstnævnte holdes i Opløsning. Undersøgelsen for Fedtstoffer og Fedtsyrer er omtalt Pag. 23. Til Paavisning af Salicylsyre benyttes Reaktionen med Ferriklo-

¹⁾ Disse Syrer kaldes »de kalkfældende Syrer«, da deres Kalciumsalte er uopløselige eller tungtopløselige.

rid. Af de 3 Stoffer gives kun et ad Gangen, da Salicylsyre opløses saavel i Fedtstoffer som i Fedtsyrer; for at faa Fedtsyrernes Smeltepunkt nøjagtig bestemt, vilde det være nødvendigt at fjerne Salicylsyren, hvilket er et ret omstændeligt Arbejde.

Til en lille Del af Filtratet fra mulig udskilte Fedtstoffer, Fedtsyrer eller Salicylsyre, eller — hvis ingen af Delene findes — lidt af selve det æteriske Udtræk overført paa Vand, sættes lige Rumfang 30 pCt. holdig Eddikesyre og derefter Blyacetat-Eddikesyre. Fremkommer der herved Bundfald, maa der findes Oxalsyre eller Vinsyre, og Hovedportionen sammenblandes da med det vinaandige Udtræk, hvor Hovedmængden af Vinsyren og Oxalsyren findes.

Det vinaandige Udtræk

kan nu indeholde *Garvesyre*, *Vinsyre*, *Oxalsyre*, *Sæbe*, *Rørsukker* og *Druesukker*. Flere af disse Stoffer kan imidlertid omsætte sig med hinanden, og derfor gives Rørsukker eller Sæbe ikke sammen med *Garvesyre*, *Vinsyre* eller *Oxalsyre*.

Vinsyre eller Oxalsyre vilde under Fremstillingen af det vinaandige Udtræk hydrolysere Rørsukker og omsætte sig med Sæbe under Dannelse af fri Fedtsyre, der vilde opløses, og Tartrat eller Oxalat, der ikke vilde gaa i vinaandig Opløsning. *Garvesyre* vilde hydrolysere Rørsukker, naar det vinaandige Udtræk overføres paa Vand. *Garvesyre* vilde tildels destrueres af Luftens Ilt i Nærværelse af den basiske Sæbeopløsning.

Det vinaandige Udtræk overføres paa Vand (ca. 30 cm³), og Vædskenes Reaktion overfor Prøvepapiret undersøges. Stærk sur Reaktion tyder paa *Vinsyre* eller *Oxalsyre*, basisk Reaktion paa *Sæbe*.

Undersøgelse for *Garvesyre* foretages i smaa Portioner af Udtrækket med Ferriklorid, Barytvand eller Natron (Pag. 27, Forsøg 1 og 3).

A. *Garvesyre* findes ikke.

- I. *Hvis Vædsken ikke reagerer surt*, kan kalkfældende Syrer ikke findes; Undersøgelsen omfatter da *Sæbe*, *Druesukker* og *Rørsukker* og foretages nøjagtig som omtalt Pag. 24.

II. *Vædsken reagerer surt*: Undersøgelsen omfatter *Druesukker*, *Vinsyre* og *Oxalsyre*. *Druesukker* paavises med Fehlings Vædske i en lille Del af Udtrækket, som dog først neutraliseres med Natriumkarbonatopløsning.

B. *Garvesyre findes*. Undersøgelsen omfatter *Druesukker*, *Vinsyre* og *Oxalsyre*.

Druesukker paavises som sædvanlig med Fehlings Vædske, men *Garvesyren* maa først fjernes med Kalciumhydroxyd efter 3 c Pag. 27, da *Garvesyre* reducerer Fehlings Vædske.

Vinsyre og *Oxalsyre* søges som nedenfor beskrevet.

Det vandige Udtræk

kan nu indeholde *Gummi* eller Natrium-, Kalium- og Ammoniumsalte af *Vinsyre*, *Oxalsyre*, *Svovlsyre* og *Fosforsyre*.

I en lille Del af Udtrækket søges for Gummi med basisk Blyacetat og Ammoniumsulfid. Hvis Gummi ikke findes, søges for kalkfældende Syrer med Blyacetat-Eddikesyre.

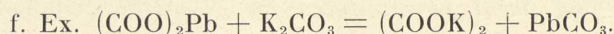
Undersøgelse for kalkfældende Syrer i det vinaandige og det vandige Udtræk.

I begge Tilfælde isoleres Syrerne som Blysalte ved Fældning med Blyacetat-Eddikesyre, idet Udtrækket først blandes med lige Rumfang 30 pCt. holdig Eddikesyre. Vædsken med de udfældede Blysalte opvarmes til Kogning¹⁾, afkøles og henstilles $\frac{1}{2}$ Time, hvorefter Blysaltene frafiltreres og udvaskes med koldt Vand.

De udvaskede Blysalte koges i 5 Minutter med 20 cm³ Vand og 10 cm³ Kaliumkarbonatopløsning, idet der af og til tilsættes lidt Vand som Erstatning for det, der fordamper.

¹⁾ Hvis Bundfaldet gaar i Opløsning under Opvarmningen, bestaar det sandsynligvis kun af Blyklorid, som ogsaa kan dannes under Fældningen, idet der kan gaa Klorider saavel i det vinaandige som i det vandige Udtræk.

Herved omsætter Blysaltene af de kalkfældende Syrer sig med Kaliumkarbonatet under Dannelse af Blykarbonat og Kaliumsalte af de kalkfældende Syrer.



Der skal være Overskud af Kaliumkarbonat; dette vil oftest være Tilfældet, naar den ovenfor angivne Mængde Kaliumkarbonatopløsning benyttes, men for en Sikkerheds Skyld prøver man, om det frafiltrerede Bundfald efter omhyggelig Udvadskning kan opløses i 10 pCt. holdig Eddikesyre. Hvis Bundfaldet ikke opløses, har Omsætningen været ufuldstændig, og det uopløste underkastes da en fornyet Behandling med 5 cm³ Kaliumkarbonatopløsning + 20 cm³ Vand.

I Opløsningen (eller eventuelt de sammenblandede Opløsninger) af Kaliumsaltene søges i en lille Del for

Svovlsyre med Saltsyre og Baryumklorid (dette vil dog kun være nødvendigt ved Undersøgelse for kalkfældende Syrer fra det vandige Udtræk og naturligvis kun, saafremt der er fundet Svovlsyre i Natriumkarbonatasken). Hvis Svovlsyre findes, gøres Hovedportionen sur med fortyndet Saltsyre; Saltsyren maa tilsættes draabevis for at undgaa et for stort Overskud. Den saltsure Vædske opvarmes til Kogning, og der tildrypes nu Baryumklorid, til al Svovlsyre er udfældet; dette Punkt kan iagttages ret nøje, naar man efter Baryumkloridtilsætningen lader det udfældede Baryumsulfat bundfældes og derefter forsigtig tilsætter en Draabe Baryumkloridopløsning; men til Slut maa der naturligvis prøves i den frafiltrerede Vædske. Er al Svovlsyren fjernet, filtreres Baryumsulfatet fra; til Filtratet sættes Kaliumkarbonat til basisk Reaktion, der koges et Par Minutter, og det udfældede Baryumkarbonat frafiltreres. I Filtratet eller — hvis Svovlsyre ikke findes — Hovedportionen søges for

Vinsyre: Vædsken inddampes saa meget, at den fylder ca. $\frac{1}{10}$ af et af de almindelige Cylinderglas. Den gøres sur med 30 pCt. holdig Eddikesyre, som tilsættes draabevis under Omrøring med en Glasspatel, indtil der ikke længere udvikles Kuldioxyd, og derefter tilsættes yderligere et lille Overskud (1 cm³) samt 2 Rumfang Vinaand. Blanding henstilles $\frac{1}{2}$ Time

under jævnlig Gnidning af Glassets Sider med en Glasspatel. Herved vil Vinsyren udfældes som surt Kaliumtartrat; tillige kan der udfældes noget surt Kaliumoxalat. Bundfaldet frafiltreres og udvadskes grundigt med en Blanding af lige Rumfang Vinaand og Vand; herved opløses det sure Kaliumoxalat, medens det sure Kaliumtartrat ikke opløses. Med det sure Kaliumtartrat foretages Reduktionsprøven med Sølvnitrat efter 2 a) eller 2 b) Pag. 28—29.

Oxalsyre: Filtrat og Vadskevædske fra det udfældede sure Kaliumtartrat sammenblandes, Vinaanden bortdampes under Tilsætning af Vand (naar Skaalen stilles paa Traadnet, kan Vinaanden afdampes over Gasblus), og til den kogende Vædske sættes draabevis $\frac{1}{4}$ Rumfang Kalciumacetat. Herved udfældes Oxalsyren som Kalciumoxalat. Dette frafiltreres, og i Filtratet prøves med mere Kalciumacetat, om Fældningen er fuldstændig; det frafiltrerede Bundfald udvadskes med Vand, og idet der stikkes Hul paa Filtret, sprøjtes det ned i et Reagensglas ved Hjælp af nogle faa cm^3 Vand. Under Opvarmning og Tildrypning af fortyndet Saltsyre skal det gaa i Opløsning, og denne Opløsning skal med Natriumacetatopløsning i Overskud give Bundfald, da Kalciumoxalat er opløseligt i Saltsyre, men uopløseligt i Eddikesyre.

Fosforsyre: Til Filtratet fra Kalciumoxalatet sættes Ammoniakvand til basisk Reaktion. Herved vil der, saafremt Fosforsyre findes, fremkomme et Bundfald af normalt Kalciumfosfat; dette identificeres ved Ammoniummolybdat efter Opløsning i lidt fortyndet Salpetersyre.

Den uopløste Rest

kan indeholde *Stivelse* eller Kalcium-, Magnium- og Blysalte af *kalkfældende Syrer*.

I en lille Del søges for Stivelse ved Jodprøven og Hydrolyseprøven; findes Stivelse, behøver man ikke at søge for kalkfældende Syrer; i modsat Fald søges kalkfældende Syrer paa følgende Maade:

Den uopløste Rest koges med 20 cm^3 Vand + 10 cm^3 Kaliumkarbonatopløsning; herved gaar de kalkfældende Syrer i

Opløsning som Kaliumsalte, hvorefter Fremgangsmaaden er som foran beskrevet. Det skal dog anføres, at tørrede Fosfater vanskelig sønderdeles ved denne Behandling.

5te Øvelse.

Kvælstofholdige organiske Stoffer.

Af disse skal omtales Protein-stoffer, Urinstof, Urinsyre samt Alkaloiderne Stryknin, Morfin og Kinin.

Protein-stoffer.

Protein-stoffer (Æggehvide-stoffer, Albumin-stoffer) er i kemisk Henseende Anhydrider af Amin-syrer. I et Protein-stof-molekyle indgaar der mange Amin-syrer, som igen kan være højst forskellige i kemisk Henseende. Ved Kogning med Syrer eller Alkalier eller ved Indvirkning af forskellige Enzymer hydrolyseres Protein-stofferne. Slutningsspaltning-sproduktet bestaar af de Amin-syrer, hvoraf Protein-stoffet er opbygget, idet dog enkelte af Amin-syrerne kan spaltes sekundært under Afgivelse af Ammoniak. Som Mellemed dannes imidlertid forskellige mer eller mindre sammensatte Stoffer som Albumoser, Peptoner og Polypeptider; af disse staa Albumoserne nærmest Protein-stofferne, Polypeptiderne nærmest Amin-syrerne. De kemiske Formler for Protein-stoffer, Albumoser og Peptoner er ukendte, men kendes for flere af de under Hydrolysen dannede Polypeptider og for Amin-syrerne. Protein-stofmolekylet er meget stort. Visse Protein-stoffer er uopløselige i Vand, f. Ex. Kasein, andre derimod danner med Vand kolloidale Opløsninger, der skummer stærkt ved Rystning og er i Stand til at holde uopløselige Stoffer fint opslemmet (smlgn. Gummi). Til Forsøg over Protein-stoffer anvendes et Præparat af tørret og derefter pulveriseret Hønsæggehvide, som i det følgende kaldes »Albumin«.

Forsøg 1. Koagulationsprøven:

Ved Kogning af en svagt sur Albuminopløsning omdannes Albuminet til en i Vand uopløselig Form; Koagulationen finder lettest Sted, naar Opløsningen tillige indeholder lidt Salt.

Til 5 cm³ 1 pCt. Albuminopløsning sættes 3—4 Draaber Natriumkloridopløsning og 1 Draabe Eddikesyre, hvorefter Blandingen under Omrøring med en Glasspatel opvarmes til Kogning.

Blandingen med det udfældede koagulerede Albumin anvendes til Forsøg 6 Pag. 38.

Forsøg 2. Albuminopløsninger fældes af stærke uorganiske Syrer. Særlig godt virker Salpetersyre, og herpaa beror

Hellers Albuminprøve: Lidt 1 pCt. holdig Albuminopløsning filtreres ned i et Reagensglas indeholdende nogle faa cm³ stærk Salpetersyre. Reagensglasset holdes skraat, og man lader Filtratet flyde ned ad Reagensglassets Sider; herved vil Albuminopløsningen lægge sig som et Lag over Salpetersyren, og paa Grænsen mellem Vædskerne fremkommer en Udfældning af Albumin. Hellers Prøve benyttes til Paavisning af Albumin i Urin.

Reaktionen gentages med en Opløsning, der indeholder 1 ⁰/₁₀₀ Albumin.

Forsøg 3. *Millons Reaktion.*

Til en 1 pCt. Albuminopløsning sættes ¹/₂ Rumfang Millons Reagens¹⁾; herved fremkommer et hvidt Bundfald, der ved Opvarmning med Vædsken antager en rød Farve. Det karakteristiske ved Reaktionen er den røde Farve; mange højst forskellige Stoffer giver hvidt Bundfald med Millons Reagens, f. Ex. vil almindelig Natriumklorid udfælde Merkurklorid. Reaktionen er en Fenolreaktion (smlgn. Salicylsyre) og skyldes Aminosyren Tyrosin, der indgaar i næsten alle Proteinstoffer. I Overensstemmelse hermed giver Proteinstoffernes Hydrolyseprodukter positive Reaktioner med Millons Reagens.

Reaktionen kan ogsaa foretages med faste Proteinstoffer.

Anstil Millons Reaktion paa et Stykke Ost, Silketraad, Uldgarn og Bomuld og opgiv, i hvilke Tilfælde Reaktionen er positiv.

¹⁾ Millons Reagens indeholder Merkurinitrat, Merkurinitrat og Salpetersyrling. Reaktionen skyldes Merkurinitratet og Salpetersyrlingen.

Forsøg 4. Xanthoproteinreaktionen:

Proteinstoffer antager ved Opvarmning med Salpetersyre en stærk gul Farve, som med Ammoniak bliver orangerød.

Til 5 cm³ 1 pCt. Albuminopløsning sættes lige Rumfang stærk Salpetersyre; Væsken med det udfældede Albumin opvarmes til Kogning; Salpetersyren frahældes, og det gule Stof overhældes med Ammoniakvand.

Forsøg 5. Biurereaktionen:

5 cm³ 1 pCt. Albuminopløsning, 5 cm³ Natriumhydroxydopløsning og 1 Draabe Kuprisulfatopløsning sammenrystes, hvorved der fremkommer en violet Opløsning.

Reaktionen kan ikke henføres til nogen bestemt Aminosyre, men skyldes visse Atomkomplexer, fremkomne ved Aminosyrernes Anhydriddannelse. Af Proteinstofspaltning-produkter giver Albumoser, Peptoner og flere Polypeptider positiv Biurereaktion; først naar man nærmer sig den totale Hydrolyse, forsvinder Biurereaktionen.

Forsøg 6. Pepsin-Saltsyre opløser koaguleret Albumin.

Forsøg 1 gentages. Man har da 2 Glas med koaguleret Albumin. Til begge sættes lige Rumfang (5 cm³) $\frac{1}{5}$ n. Saltsyre, og til den ene sættes yderligere 2—3 Draaber af en Pepsinopløsning, som staar fremme i Laboratoriet. Begge Glas stilles i et Bægerglas med 40° varmt Vand, hvis Temperatur under Forsøget holdes omkring 40°. I Løbet af en halv Time vil det koagulerede Albumin opløses i Blandingen, til hvilken der blev tilsat Pepsin, hvorimod det ikke vil opløses i Blandingen uden Pepsin. Albuminet opløses imidlertid ikke uforandret, men hydrolyseres samtidig; dette konstateres meget tydeligt ved med Opløsningen at anstille Hellers Albuminprøve.

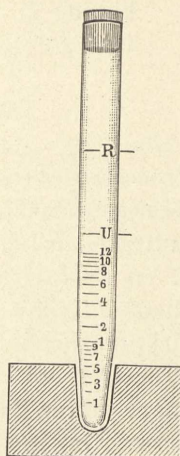
Den omtalte Spaltning svarer til den Spaltning, Proteinstofferne undergaar under Fordøjelsen i Mavesækken, idet Mavesaften indeholder Enzymet Pepsin og fri Saltsyre (ca. 0,1 n sur).

Forsøg 7. *Kvantitativ Bestemmelse af Albumin i Urin foretages i Almindelighed i et Esbachs Albuminometer.*

Urinen gøres, hvis ikke den reagerer sur, svagt sur med Eddikesyre, og hældes i Glasset til Mærket U; derefter tilsættes Esbachs Reagens (Pikrinsyre-Citronsyre Opløsning) til Mærket R, og Vædskerne blandes ved forsigtig at vende Glasset op og ned nogle Gange. Herved udfældes Albuminet som et voluminøst Bundfald, der ikke klumper sammen og som bundfældes langsomt. Bundfaldets Størrelse er afhængig af Albuminmængden, og Inddelingerne paa Apparatet er ved Justering fastsat saaledes, at Albuminprocenten direkte kan aflæses, naar Blandingen har henstaaet i 24 Timer ved 15°.

Albuminmængden bestemmes i en udleveret Opløsning.

Nøjagtigere kan Albuminet bestemmes, naar det udfældes ved Kogning i svagt eddikesur Vædske og derefter udvadskes, tørres og vejes.



Esbachs
Albuminometer.

Urinstof (Karbamid)

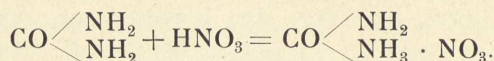
er i kemisk Henseende Kulsyre's Diamid, $\text{CO} \begin{matrix} \text{NH}_2 \\ \text{NH}_2 \end{matrix}$. Det kan som andre Amider hydrolyseres til den tilsvarende Syre og Ammoniak. Det danner Salte med flere Syrer; af dets Salte er Nitratet tungtopløseligt i Salpetersyre. Af Natriumhypobromit iltes det til Kvælstof, Kuldioxyd og Vand. Det forkuller ikke ved Ophedning, men spaltes under Bortgang af Ammoniak.

Urinstof er uopløseligt i Æter, let opløseligt i Vinaand og Vand.

Forsøg 2. *Fremstilling af Urinstofnitrat.*

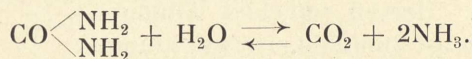
Til en Spatelfuld Urinstof dryppes i et Reagensglas netop saa meget Vand, at det gaar i Opløsning, og til Opløsningen sættes Salpetersyre draabevis. Til at begynde med fremkommer der

et Bundfald, som forsvinder ved Omrytning; men med Overskud af Salpetersyre faas et stort Bundfald af Urinstofnitrat.



Forsøg 2. *Hydrolyse af Urinstof.*

Urinstof spaltes af Vand efter Ligningen:

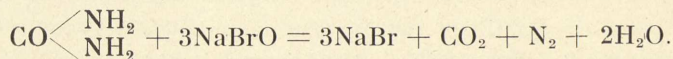


Processen er reciprok; den forløber yderst langsomt med mindre Temperaturen er op mod 150° , men der vil da efterhaanden indtræde en Ligevægt mellem de reagerende Stoffer. Tilsætning af en Base eller en Syre, hvorved et af Hydrolyseprodukterne (henholdsvis Kuldioxyd og Ammoniak) bindes, vil ifølge Massevirkningsloven forskyde Ligevægten til Gunst for Hydrolysen, og Processen vil da 1) forløbe hurtigere, 2) forløbe fuldstændig (naar der er Base eller Syre i Overskud). Dog kræves en Temperatur op mod 150° for at naa den totale Hydrolyse indenfor en rimelig Tid.

- a) 5 cm^3 1 pCt. Urinstofopløsning koges efter Tilsætning af lidt Natriumhydroxyd. Efter et Par Minutters Kogning er Ammoniakfraspaltningen tydelig. Prøve med Kurkumapapir, vædet med Vand.
- b) 5 cm^3 1 pCt. Urinstofopløsning + 5 cm^3 50 pCt. Svovlsyre koges i et Reagensglas, forsynet med Kulsyrerør, der sænkes i Kalkvand. Efter et Par Minutters Kogning viser Udviklingen af Kuldioxyd sig.

Forsøg 3. *Urinstof iltes af Natriumhypobromit.*

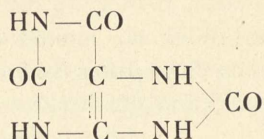
Til lidt 1 pCt. Urinstofopløsning sættes Bromnatron; der fremkommer herved en stærk Brusning, idet Urinstoffet iltes efter Ligningen:



Luftarten, der gaar bort, er Kvælstof. Kuldioxydet bindes af den basiske Bromnatron (Bromnatron fremstilles ved at sætte et Underskud af Brom til kold, fortyndet Natriumhydroxydopløsning).

Urinsyre, $C_5H_4N_4O_3$.

Urinsyre er i kemisk Henseende 2,6,8 Trioxypurin, altsaa en heterocyklisk Forbindelse



Den er en tobasisk Syre, som er praktisk talt uopløselig i Æter, Vinaand og Vand. Af Saltene er de normale Kali- og Natronsalte nogenlunde letopløselige. Af andre Egenskaber fremhæves:

Forsøg 1. *Urinsyre reducerer Fehlings Vædske.*

$\frac{1}{2}$ Spatelfuld Urinsyre rystes med ca. 5 cm^3 Vand; den opløses ikke. Der tildryppes under Omrystning Natriumhydroxydopløsning, hvorved den opløses under Dannelse af Natriumurat. Ca. 1 cm^3 af denne Vædske sættes til en halv Snes cm^3 kogende Fehlings Vædske; der koges et Par Minutter, hvorved der fremkommer Udfældning af Kuprooxyd.

Forsøg 2. *Murexidreaktionen:*

$\frac{1}{4}$ Spatelfuld Urinsyre overhældes i et Reagensglas med en Blanding af lige Rumfang Vand og fortyndet Salpetersyre. Blandingen opvarmes til Kogning, hvorved Urinsyren opløses og iltes under Kvælstofudvikling. Naar Brusningen er ophørt, inddampes 4—5 Draaber af Opløsningen i en Porcellænskaal paa Vandbad; tilbage bliver en rødgul Rest, som med én Draabe Ammoniakvand antager en violet Farve.

Alkaloider

er kvælstofholdige, organiske Baser, der ved Addition forener sig med Syrer til Salte i Analogi med Ammoniak og Aminer. Selve Alkaloiderne er næsten altid meget tungtopløselige i Vand; i Vinaand, Kloroform og Eddikeæter opløses de lettere. Deres Salte med uorganiske Syrer kan i Almindelighed opløses i Vinaand og Vand.

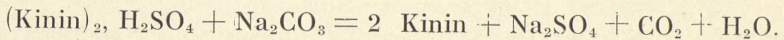
De vigtigste kemiske Forhold vil fremgaa af de følgende Forsøg.

Almindelige Egenskaber.

Til Forsøgene anvendes en mættet vandig Opløsning af Kininsulfat; Opløsningen fremstilles ved at ryste $\frac{1}{4}$ Spatelfuld Kininsulfat med 25 cm³ Vand og filtrere efter et Par Minutters Forløb.

Forsøg 1. *Alkaloiderne frigøres af deres Salte med Natriumkarbonat.*

Til 10 cm³ af Opløsningen sættes 5—6 Draaber Natriumkarbonatopløsning, hvorved der fremkommer et hvidt Bundfald af det frie Alkaloid.



Forsøg 2. *Frie Alkaloider meddeler Vand basisk Reaktion.*

Det af Natriumkarbonat udfældede Alkaloid fra Forsøg 1 frafiltreres og udvaskes grundigt med Vand, hvorefter det ved Hjælp af nogle faa cm³ Vand sprøjtes ned i et Reagensglas, idet der stikkes Hul paa Filtret. Efter et Øjeblik Omrytning undersøger man, hvorledes Væsken reagerer paa Kurkumapapiret.

Forsøg 3. *Opløsninger af Alkaloidsalte fældes af Garvesyre og Kaliumvismutjodid.*

Forsøgene anstilles, og de fremkomne Bundfalds Udseende noteres.

Specielle Reaktionen.

Kinin.

Forsøg 1. *En Opløsning af surt Kininsulfat fluorescerer blaat.*

Til lidt Kininsulfatopløsning sættes 1 Draabe fortyndet Svovlsyre, hvorved der dannes surt Kininsulfat. Fluorescensen er tydelig selv efter stærk Fortynding med Vand.

Kininnitrat opløst i salpetersyreholdigt Vand viser ogsaa blaa Fluorescens, men Kininklorid, opløst i saltsyreholdigt Vand, fluorescerer ikke.

Forsøg 2. *Kininsalte giver med Bromvand og Ammoniakvand en stærk grøn Farve.*

Til lidt Kininsulfatopløsning sættes Bromvand draabevis og under Omrystning, indtil Vædsken viser en svag gul Farve; derefter tilsættes Ammoniakvand.

M o r f i n.

Til Forsøgene anvendes en 1 pCt. Opløsning af Morfinchlorid.

Forsøg 1. *Morfin giver Fenolreaktion med Ferriklorid og virker reducerende.*

- a) Til lidt af Opløsningen sættes et Par Draaber Ferrikloridopløsning, hvorved der fremkommer en blaa Farve.
- b) Til Opløsningen fra a) sættes lidt fortyndet Saltsyre, hvorved den blaa Farve forsvinder; derefter tilsættes Kaliumferricyanid, og der fremkommer da et Bundfald af Berlinerblaat, idet Morfinet har reduceret Ferrisaltet til Ferrosalt.

S t r y k n i n.

En ringe Mængde Strykninnitrat udrives i en Porcellænskaal med et Par Draaber koncentreret Svovlsyre, og en lille Krystal Kaliumdikromat trækkes gennem Vædsken; der fremkommer da en violet Farve, der snart bliver rød og til Slut grøn.

Analysen.

Analysen omfatter nu ogsaa de under Øvelse 5 gennemgaaede Stoffer; dog gives Urinstof ikke sammen med Ammoniumsalte.

Det æteriske Udtræk undersøges efter Pag. 31.

Det vinaandige Udtræk kan nu ogsaa indeholde *Urinstof*. Dette medfører imidlertid ingen Forandring med Hensyn til Paavisningen af de øvrige Stoffer. Undersøgelsen foretages efter Pag. 32. I en lille Del af den Vædske, der anvendes til Under-

søgelse for Sukkerarterne, paavises mulig tilstedeværende Urinstof ved Reaktionen med Bromnatron, idet man erindrer, at Reaktionen skal foretages i basisk Vædske, og at Urinstof ikke gives, naar Analysen indeholder Ammoniumsalte.

Det vandige Udtræk kan muligvis indeholde lidt *Albumin*; Hovedmængden vil dog findes i den uopløste Rest, idet Albuminet koagulerer ved Fremstillingen af det vinaandige Udtræk.

I en lille Del af det vandige Udtræk søges for Albumin ved Koagulationsprøven, idet der først tilsættes 1 Draabe Eddikesyre og et Par Draaber Natriumkloridopløsning. Hvis Udtrækket ikke indeholder Albumin, foretages Undersøgelsen af Hovedportionen efter Pag. 33 (for *Gummi* eller *kalkfældende Syrer*).

Hvis der derimod findes Albumin, fjernes dette af Hovedportionen ved Tilsætning af 1 Draabe Eddikesyre, et Par Draaber Natriumkloridopløsning og Opvarmning til Kogning. Albuminet frafiltreres, og Filtratet undersøges efter Pag. 33.

Den uopløste Rest kan indeholde *Albumin*, *Stivelse*, *Urinsyre* eller *kalkfældende Syrer* som uopløselige Salte.

Albuminet paavises i en lille Del af den uopløste Rest 1) ved Millons Reaktion og 2) ved Xanthoproteinreaktionen. [Filtratet kan benyttes til Urinsyreprøven].

Stivelsen paavises ved Jodreaktionen og Hydrolyseprøven.

Urinsyren. Lidt af den uopløste Rest koges et Øjeblik med en Blanding af lige Rumfang fortyndet Salpetersyre og Vand (ca. 5 cm³). Allerede herved vil Urinsyren give sig til Kende, ved at der fremkommer Luftudvikling; men Luftudviklingen kan ogsaa skyldes andre Ting, f. Ex. Karbonater. Naar Brusningen er forbi, filtreres, og ca. 1 cm³ af Filtratet inddampes i en Porcellænskaal paa Vandbad til Tørhed; findes Urinsyre, faas en rødgul Rest, der med Ammoniak bliver violet (Murexidprøven).

Hvis den uopløste Rest hverken indeholder Albumin, Stivelse eller Urinsyre, skal der søges for *kalkfældende Syrer* efter Pag. 35.

Alkaloiderne. 1 Spatelfuld af Analysen udrystes med salt-syreholdigt Vand, hvorved Alkaloiderne vil gaa i Opløsning; der filtreres, og i Filtratet søges for Alkaloider med Kaliumvis-

mutjodid. Faar man herved Alkaloidreaktion, skal man nærmere undersøge, hvilket Alkaloid der foreligger (der gives kun et Alkaloid ad Gangen).

1 g af den udleverede Analyse udtrækkes med saltsyreholdigt Vand, og der filtreres; til Filtratet sættes Natriumkarbonatopløsning til basisk Reaktion, og der inddampes til Tørhed paa Vandbad. Inddampningsresten, der nu indeholder Alkaloiderne i fri Tilstand, udtrækkes med Eddikeæter. Eddikeæterudtrækket deles i 3 Dele, der hver for sig inddampes til Tørhed paa Vandbad.

I den ene Del søges for Kinin efter Pag. 42—43.

I den 2den Del søges for Morfin efter Pag. 43.

I den 3die Del søges for Stryknin efter Pag. 43.

Uorganiske Stoffer: paavises som i de foregaaende Analyser.

6te Øvelse.

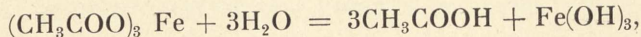
Flygtige Syrer.

Eddikesyre, Myresyre, Salicylsyre, Saltsyre og Salpetersyre.

Eddikesyre CH_3COOH .

Eddikesyre er en Vædske af karakteristisk Lugt; den kan blandes med Vand og Vinaand i ethvert Forhold. Dens Salte, der kaldes Acetater, er opløselige i Vand og som Regel ogsaa i Vinaand; flere Acetater, f. Ex. Blyacetat, lugter stærkt af Eddikesyre. Eddikesyre er flygtig og uddrives af sine Salte ved Kogning med Fosforsyre.

Forsøg 1. *Ferrikloridprøven:* 5 cm^3 Reagenseddikesyre (10 pCt. holdig) neutraliseres nøjagtig med Natriumhydroxydopløsning. Til ca. 1 cm^3 af den herved vundne Natriumacetatopløsning sættes ca. 5 cm^3 Vand og nogle faa Draaber Ferrikloridopløsning; herved antager Vædsken en stærk rødbrun Farve, idet der dannes Ferriacetat. Vædsken koges, hvorved Hydrolysen,



vil forløbe fuldstændig. Ferrihydroxydet, som herved udfældes, frafiltreres, og Filtratet er fuldstændig farveløst.

Forsøg 2. Eddikeæterprøven: Resten af Natriumacetatopløsningen fra Forsøg 1 inddampes paa Vandbad til fuldstændig Tørhed og overhældes med 2—3 cm³ af en Blanding, tilberedt af 2 Rumfang conc. Svovlsyre og 1 Rumfang Vinaand. Herved dannes Eddikeæter, der kendes paa Lugten.



Forsøg 3. Basisk Blyacetat er opløseligt i Vinaand.

1 cm³ Reagenseddikesyre blandes i en Skaal med 10 cm³ Vand og opvarmes svagt under Tilsætning af lidt Blyilte (ca. $\frac{1}{10}$ Spatelfuld); herved dannes basisk Blyacetat. Saa snart Væsken viser basisk Reaktion (Prøve med Kurkumapapir), filtreres, og Filtratet inddampes til Tørhed paa Vandbad. Inddampningsresten overhældes med ca. 5 cm³ Vinaand, der røres godt rundt med en Glasspatel i ca. 5 Minutter og herefter filtreres over i et stort Reagensglas. Der tilsættes ca. 5 cm³ Vand, Vinaanden bortkoges, og der tilsættes lidt Natriumsulfatopløsning, hvorved der fremkommer et Bundfald af Blyulfat, idet der er gaaet basisk Blyacetat i Opløsning ved Udtrækningen med Vinaand. Der filtreres, og med Filtratet, der indeholder Natriumacetat, anstilles Ferrikloridprøven (Forsøg 1).

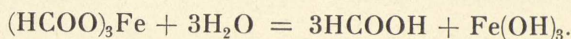
Det er nødvendigt at filtrere fra Blyilte, saa snart den basiske Reaktion indtræder; i modsat Fald dannes stærkere basiske Acetater, som er uopløselige i Vinaand.

Myresyre, HCOOH.

Myresyre er en Vædske, som kan blandes med Vand og Vinaand i ethvert Forhold. Dens Salte, der kaldes Formiater, er i Almindelighed uopløselige i Vinaand, men opløselige i Vand. Myresyre er flygtig og uddrives af sine Salte ved Kogning med Fosforsyre.

Forsøg 1. Ferrikloridprøven.

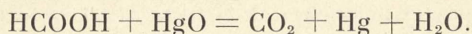
Myresyre forholder sig nøjagtig som Eddikesyre overfor Ferriklorid, idet Ferriformiat hydrolyseres ligesom Ferriacetat.



Til Forsøget, der foretages nøjagtig som omtalt under Eddikesyre (Forsøg 1. Pag. 45), anvendes lidt 1 pCt. holdig Myresyre.

Forsøg 2. *Myresyre virker reducerende.*

Til lidt 1 pCt. holdig Myresyre sættes en ringe Mængde gult Merkurioxyd ($\frac{1}{10}$ — $\frac{1}{20}$ Spatelfuld), og der opvarmes et Øjeblik. Herved indtræder der en stærk Brusning, idet Myresyren iltes til Kuldioxyd, og Merkurioxydet reduceres til metallisk Kvægsølv, der viser sig som et graat Pulver. Der kan ogsaa udfældes Merkuroformiat som hvide flade Krystaller.



Myresyrens reducerende Egenskaber kan henføres til den indeholdte Aldehydgruppe:



Myresyre reducerer Sølvsalte til metallisk Sølv, Merkuriklorid til Merkuroklorid og Kvægsølv, men reducerer næsten ikke Fehlings Vædske.

Forsøg 3. *Basisk Blyformiat er uopløseligt i Vinaand.* (Smlgn. Eddikesyre).

Forsøget foretages som beskrevet under Eddikesyre, idet der anvendes 10 cm³ 1 pCt. holdig Myresyre.

Ved Tilsætning af Natriumsulfat fremkommer der ikke noget Bundfald.

Salicylsyrens Egenskaber er tidligere omtalt; *Saltsyrens* og *Salpetersyrens* Egenskaber kendes fra den uorganiske Analyse. Her skal blot yderligere anføres, at Blyklorid er uopløseligt i Vinaand, og at Salicylsyre og Salpetersyre (ligesom Myresyre, men modsat Eddikesyre) ved Opvarmning med Blyilte danner basiske Salte, der praktisk talt er uopløselige i Vinaand. (Ved Anvendelse af Blykarbonat istedetfor Blyilte vilde man derimod af Salpetersyren faa et i Vinaand opløseligt Nitrat).

Analysen.

Analysen omfatter nu ogsaa flygtige Syrer. De øvrige Stoffer paavises som omtalt Pag. 43—45.

Undersøgelse for flygtige Syrer.

2 g af den udleverede Analyse udrøres i et Cylinderglas med 15 cm³ Vand og 15 cm³ Reagensfosforsyre, og hvis Albumin findes, tilsættes tillige $\frac{1}{2}$ Spatelfuld Garvesyre. Efter 5—10 Minutters Henstand under hyppig Omrøring filtreres ned i Fraktionskolben, og hvis Gummi findes, tilsættes 1—2 cm³ Paraffinolie.

Blandingen underkastes en fraktioneret Destillation. Som 1ste Fraktion opsamles de først overgaaede 15 cm³; Resten udgør 2den Fraktion, idet Destillationen fortsættes, indtil der kun bliver en ringe branket Rest tilbage i Fraktionskolben.

Begge Fraktioner afkøles godt, og hvis Salicylsyre er fundet i det æteriske Udtræk, gnides Reagensglassenes Sider med en Glasspatel, og efter $\frac{1}{2}$ Times Henstand frafiltreres eventuelt udskilt Salicylsyre. Den frafiltrerede Salicylsyre identificeres ved Ferrikloridprøven.

1ste Fraktion benyttes til Undersøgelse for *Myresyre* og *Eddikesyre*.

Myresyre paavises ved Merkurioxydprøven (Forsøg 2. Pag. 47) i en lille Del.

Eddikesyre. Hvis *Myresyre* og *Salicylsyre* ikke findes, paavises *Eddikesyre* ved Ferrikloridprøven efter forudgaaende Neutralisation (Forsøg 1. Pag. 45). Hvis derimod *Myresyre* eller *Salicylsyre* findes, kan Ferrikloridprøven ikke anstilles uden videre. Til Resten af 1ste Fraktion sættes da ca. $\frac{1}{10}$ Spatelfuld Blyilte; der varmes svagt, og saa snart Vædsken viser basisk Reaktion, filtreres. Filtratet inddampes til Tørhed paa Vandbad; Inddampningsresten udtrækkes med Vinaand, der filtreres igen; til Filtratet sættes Vand, Vinaanden bortkoges, og til den varme Vædske sættes lidt Natriumsulfatopløsning; fremkommer der Bundfald, maa *Eddikesyre* findes; den paavises yderligere i Filtratet fra Blyulfatet ved Ferrikloridprøven. Man bør, inden man skrider til Paavisning af *Eddikesyre* efter Blyiltemetoden, have en Tragt med Filter parat, saaledes at Filtreringen kan foretages strax efter, at den basiske Reaktion indtræder.

2 den Fraktion benyttes til Paavisning af *Saltsyre* og *Salpetersyre*.

Salpetersyrepaavisningen: Lidt af Vædsken blandes med lige Rumfang koncentreret Svovlsyre; der afkøles, og ovenpaa den afkølede Vædske hældes forsigtig Ferrosulfatopløsning.

Saltsyre paavises med Sølvnitrat og *Salpetersyre* som i den uorganiske Analyse.

Da *Saltsyren* og *Salpetersyren*, selv ved ret stærk Inddampning kun afdestilleres ufuldstændig, faar man ikke saa store Reaktionen som ved Analyse af uorganiske Stoffer.

Hvis Analysen indeholder Nitrater, vil den i Regelen ved Ophedning forbrænde under stærkt Ildfænomen eller Explosion.

Oversigt over Undersøgelsen af faste Analyser.

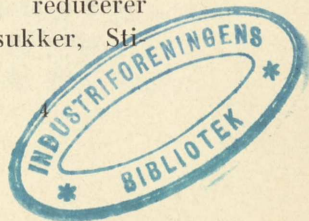
Alle de Stoffer, der gives i faste Analyser, er nu omtalt, og saafremt alle Stofferne skal søges, bliver følgende Prøver at foretage:

I. Foreløbige Prøver.

Ved at anstille nogle foreløbige Prøver paa Stoffet, kan man drage vigtige Slutninger m. H. t. Nærværelse eller Fraværelse af visse organiske Stoffer, navnlig naar disse Prøver sammenholdes med Resultatet fra Undersøgelsen for de uorganiske Stoffer:

a) 1 *Spatelfuld Analyse koges i et Reagensglas i ca. 5 Minuter med fortyndet Svovlsyre*:

- 1) Hvis Dampene ikke reagerer surt paa et Stykke blaat Lakmuspapir, vædet med Vand, kan flygtige Syrer udelukkes.
- 2) Hvis der ikke flyder Oliekraaber paa Overfladen af Vædsken, kan Fedtstoffer, Fedtsyrer og Sæber udelukkes. Dog ses Oliekraaberne mindre tydelig, naar Albumin findes.
- 3) Hvis Filtratet efter Neutralisation ikke reducerer Fehlings Vædske, kan Druesukker, Rørsukker, Stivelse og Gummi udelukkes.



- 4) Hvis Filtratet efter Neutralisation ikke giver Alkaloidreaktion med Kaliumvismutjodid, kan Alkaloider udelukkes.
- b) 1 Spatelfuld Analyse rystes med Natriumhydroxydopløsning og Luft.
Hvis Vædsken ikke antager en mørk Farve, kan Garvesyre udelukkes.
- c) 1 Spatelfuld Analyse blandes med 4 Gange saa meget Natronkalk og ophedes i et Reagensglas.
Hvis der ikke udvikles Ammoniak (Prøve med Kurkumapapir, vædet med Vand), kan Albumin, Urinstof, Urinsyre, Alkaloider og Ammoniak udelukkes.
- d) Hvis Analysen ikke efterlader Glødningsrest, og Ammoniak ikke findes, kan
- 1) Sæbe og Kulsyre udelukkes,
 - 2) kalkfældende Syrer ikke være til Stede i det vandige Udtræk og den uopløste Rest, og
 - 3) Saltsyre og Salpetersyre udelukkes, saafremt Alkaloider og Urinstof ikke findes.
- e) Hvis Analysen af Metaller kun indeholder Alkalimetaller, kan kalkfældende Syrer udelukkes i den uopløste Rest.

II. Uorganiske Stoffer.

- a) 1 g Stof foraskes til Prøve for *Metallerne*. Jvfr. Pag. 7.
- b) 1 g Stof foraskes med 1 g vandfrit Natriumkarbonat til foreløbig Prøve for *Saltsyre, Svovlsyre og Fosforsyre*. Jvfr. Pag. 9.
- c) 1 Spatelfuld Stof anvendes til Prøve for *Ammoniak*. Jvfr. Pag. 8.
- d) 1 Spatelfuld Stof anvendes til Prøve for *Kuldioxyd*. Jvfr. Pag. 9.

III. Organiske Stoffer.

(samt i visse Tilfælde Saltsyre, Salpetersyre, Svovlsyre og Fosforsyre).

- a) 2 g Stof benyttes til Fremstilling af æterisk Udtræk, vinaandigt Udtræk, vandigt Udtræk og uopløselig Rest. Jvfr. Pag. 10 og 11.

I det æteriske Udtræk søges for: *Fedtstoffer, Fedtsyrer* og *Salicylsyre*. Jvfr. Pag. 31.

I det vinaandige Udtræk søges for: *Druesukker, Rørsukker, Urinstof, Garvesyre, Oxalsyre, Vinsyre* og *Sæbe*. Jvfr. Pag. 32 og 43.

Dog gives Rørsukker eller Sæbe ikke sammen med fri Garvesyre, Vinsyre eller Oxalsyre (jvfr. Pag. 32), og Urinstof gives ikke, naar Analysen indeholder Ammoniumsulte, da Ammoniumsulte, ligesom Urinstof, iltes af Bromnatron under Kvælstofudvikling.

I det vandige Udtræk søges for: *Albumin, Gummi, Vinsyre* og *Oxalsyre* samt tillige for *Spovlsyre* og *Fosforsyre*, naar disse 2 Syrer er fundet i Natriumkarbonatasken. Dog gives Gummi ikke sammen med kalkfældende Syrer i det vandige Udtræk. Jvfr. Pag. 33.

I den uopløste Rest søges for: *Albumin, Urinsyre* og *Stivelse*; hvis ingen af disse Stoffer findes, søges for *kalkfældende Syrer*. Jvfr. Pag. 35.

- b) 2 g Stof anvendes til Prøve for: *Salicylsyre, Myresyre, Eddikesyre, Saltsyre* og *Salpetersyre*. Saafremt Salicylsyre ikke er fundet i det æteriske Udtræk og Saltsyre ikke i Natriumkarbonatasken, kan Undersøgelsen for disse 2 Syrer forbigaas her. Jvfr. iøvrigt Pag. 48.
- c) 1 g Stof anvendes til Prøve for: *Alkaloider*. Jvfr. Pag. 44.

7de Øvelse.

Opløsningsmidlerne.

Æter, Vinaand, Kloroform og Vand.

Ætylæter, $(C_2H_5)_2O$,

er i kemisk Henseende Anhydrid til Ætylalkohol og kaldes i daglig Tale blot »Æter«. Det er en farveløs Vædske af karakteristisk Lugt; Kogepunkt 35° , Vf. 0,72. I Vand er den tungtopløselig; ryster man Æter med Vand, vil Blandingen efter et Øjeblik Henstand dele sig i 2 Lag; det nederste Lag bestaar af en mættet Opløsning af Æter i Vand, det øverste Lag af en mættet Opløsning af Vand i Æter. Med Vinaand kan Æter

blandes i alle Forhold, og hvis man til en Blanding af Æter og Vand sætter en passende Mængde Vinaand, faar man en Blanding, der ikke deler sig i forskellige Lag ved Henstand; hvis der til en saadan Blanding sættes en større Mængde Vand, vil Vædsken dele sig i 2 Lag, hvoraf det øverste Lag hovedsagelig bestaar af Æter.

Æter paavirkes kun af ganske faa kemiske Reagenser (f. Ex. Klor og konc. Svovlsyre) og lader sig ikke paavise ved simple kemiske Reaktionen, men kendes i Analysen med tilstrækkelig Sikkerhed paa Lugten og det lave Kogepunkt. Æter er et godt Opløsningsmiddel for flere organiske Stoffer, f. Ex. Fedtstoffer, Fedtsyrer, Harpixer, Salicylsyre.

Forsøg 1.

- a) 2 cm³ Æter rystes med 2 cm³ Vand: Vædsken deler sig ved Henstand i 2 Lag.
- b) Blanding a rystes med 2 cm³ Vinaand: Vædsken deler sig ikke i 2 Lag.
- c) Blanding b rystes med 2 Rumfang Vand: Vædsken deler sig atter i 2 Lag.

Ætylalkohol, C₂H₅OH.

Ætylalkohol er en farveløs Vædske af karakteristisk Lugt. Kogepunkt 78°. Vf. 0,79. 100 pCt. holdig Ætylalkohol kan fremstilles, men den er stærkt vandsugende og kan derfor vanskelig opbevares uforandret.

Blandinger af Ætylalkohol og Vand i vxlende Forhold har man givet forskellige Navne:

- En Ætylalkohol paa 99 Rmfgs. pCt. kaldes *Absolut Alkohol* [Alkohol absolutus].
- En Ætylalkohol paa 95—96 Rmfgs. pCt. kaldes *Stærk Vinaand* [Spiritus alcoholisatus].
- En Ætylalkohol paa 90—91 Rmfgs. pCt. kaldes *Vinaand* [Spiritus koncentratu].
- En Ætylalkohol paa 68—70 Rmfgs. pCt. kaldes *Fortyndet Vinaand* [Spiritus dilutus].

En Ætylalkohol paa 46—47 Rmfgs. pCt. kaldes *Svag Vinaand* [Spiritus tenuis].

Ætylalkohol kan paavises, selv i meget smaa Mængder, ved dets Forhold overfor Jod og Natriumhydroxyd, hvormed det danner Jodoform.

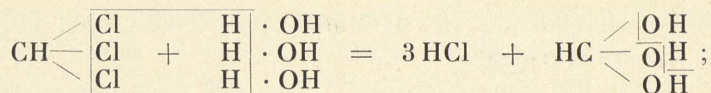
Forsøg 1. Jodoformprøven:

Til 2—3 Draaber Vinaand sættes et Par Kubikcentimeter af en stærk Opløsning af Jod i Jodkaliumopløsning, og derefter tilsættes Natriumhydroxydopløsning *draabevis*, indtil den brune Farve er forsvunden, og den sidst tilsatte Draabe ikke har givet nogen Ændring af Farven. Man faar da en svagt gul Opløsning af en gennemtrængende Lugt, der skyldes det under Processen dannede *Jodoform* (CHJ_3). Vædsken bliver snart (undertiden strax) uklar, idet Jodoformet udskilles. Glasset henstilles 1 Kvarter, hvorved Jodoformet bundfældes. Ved mikroskopisk Undersøgelse viser Bundfaldet sig at være krystallinsk; i Reglen viser Krystallerne sig som sexfligede Stjerner.

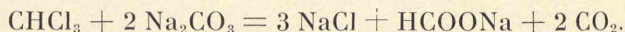
Foretages Jodoformprøven med en stor Mængde Vinaand, vil Jodoformet ikke udkrystallisere, da det er letopløseligt i Vinaand. En saadan Opløsning vil imidlertid ved Fortyndning med Vand udskille Jodoform. Endelig skal det blot fremhæves, at man bør undgaa at tilsætte stort Overskud af Natriumhydroxyd under Reaktionen, da Jodoform sønderdeles af Natriumhydroxyd.

Kloroform, CHCl_3 .

Kloroform er en farveløs Vædske af karakteristisk Lugt og brændende Smag. Kp. 61° , Vf. 1,5. Det lader sig blande med Vinaand og Æter i ethvert Forhold, men er tungtopløseligt i Vand. En Opløsning af Kloroform i Vand indeholder ikke Klorioner og giver derfor ikke Bundfald med Sølvnitrat. Koges Kloroform med en Natriumkarbonatopløsning, vil noget af Kloroformet fordampe, medens Resten vil spaltes under Dannelse af Natriumformiat og Natriumklorid.



eller



Kloroform er et godt Opløsningsmiddel for flere organiske Stoffer, f. Ex. Fedtstoffer, Fedtsyrer, Alkaloider og Harpixer.

Forsøg 1.

- a) 2 cm³ Kloroform rystes med 2 cm³ Vand. Vædsken deler sig i 2 Lag.
- b) Blanding a) rystes med 4 cm³ Vinaand. Vædsken deler sig ikke i 2 Lag.
- c) Blanding b) rystes med 2 Rumfang Vand. Vædsken deler sig atter i 2 Lag.

Af en Blanding af Kloroform og Vinaand kan Kloroform altsaa udfældes ved Rystning med Vand. Blanding c) hældes over i en Tragt, idet man med venstre Haands Tommelfinger lukker for Tragtstilkenes Aabning. I Løbet af et Øjeblik vil Kloroformet samle sig i Tragtstilken, hvorefter det, ved at fjerne Fingeren en lille Smule, fratappes og fordeles i 3 Reagensglas til Forsøgene 2 og 3.

Forsøg 2. Kloroform spaltes ved Kogning med Natriumkarbonat.

- a) Til Kloroformet i det ene Reagensglas sættes et Par cm³ Vand og lidt Sølvnitrat. Der fremkommer ikke Bundfald.
- b) Kloroformet i det 2det Reagensglas koges med 2—3 cm³ Vand og 1 cm³ Natriumkarbonatopløsning. Efter Afkøling gøres Vædsken sur med fortyndet Salpetersyre, og der til-sættes Sølvnitrat; herved fremkommer et Bundfald af Sølvklorid, der identificeres ved Forholdet overfor Ammoniak.

Forsøg 3. Kloroform reducerer Fehlings Vædske.

Med Kloroformet i det 3die Reagensglas fra Forsøg 1 foretages Reduktionsprøven paa sædvanlig Maade; efter et Par Minutters Kogning fremkommer en stor Udfældning af Kuproxyd.

Vand

paavises i organiske Vædskeblandinger med vandfrit Kuprisulfat, der er et hvidt, stærkt vandsugende Pulver. Ved Op-tagelse af Vand antager det en blaa Farve.

Forsøg 1. 5 cm³ Vinaand (indeholder 10 pCt. Vand) rystes under svag Opvarmning med ca. $\frac{1}{20}$ Spatelfuld vandfrit Kuprisulfat.

Undersøgelse af flydende Analyser.

De flydende Analyser, der udleveres til Undersøgelse, kan indeholde de tidligere omtalte Stoffer, opløst i Æter, Vinaand, Kloroform, Vand eller en Blanding af disse Vædsker. Fremgangsmåden ved Undersøgelsen bliver følgende.

I. Undersøgelse for Opløsningsmidlerne.

- a) *Prøve for Vand:* Ca. 5 cm³ af den udleverede Opløsning rystes under svag Opvarmning i et tørt Reagensglas med en ringe Mængde vandfrit Kuprisulfat, der vil antage en blaa Farve, saafremt Vand findes.
- b) *Prøve for Æter, Kloroform og Vinaand:* 25 cm³ af Opløsningen underkastes en fraktioneret Destillation; hvis Vædsken efter Fortynding med Vand reagerer surt, tilsættes først Natriumkarbonatopløsning til basisk Reaktion; herved undgaas Dannelse af Alkylsalte, naar Vinaand er til Stede. Som 1ste Fraktion opsamles, hvad der overdestillerer under 50°. Som 2den Fraktion opsamles, hvad der overdestillerer mellem 50° og 90°. Hvad der bliver tilbage i Fraktionskolben anvendes til Prøve for flygtige Syrer (Pag. 57).

1ste Fraktion indeholder mulig tilstedeværende Æter, der kendes paa Lugten. Hvis der ikke overdestillerer noget under 50°, er der sandsynligvis ikke Æter til Stede. Hvis den udleverede Analyse imidlertid har indeholdt en stor Mængde fri Syre, kan det Tilfælde indtræffe, at Æteren fordamper næsten fuldstændig under Neutralisationen med Natriumkarbonat paa

Grund af den kraftige Kulsyreudvikling. I saa Fald bør man til Prøve for Æter foretage en Destillation af Opløsningen uden forudgaaende Neutralisation og opsamle, hvad der overdestillerer under 50° .

2den Fraktion undersøges for Kloroform og Vinaand, idet den rystes med 2 Rumfang Vand. Hvis Kloroform findes, vil Vædsken dele sig i 2 Lag. Af det øverste Vædskeleg udtages med et Svovlbrinterør ca. 1 cm^3 Vædske til Paavisning af Vinaand ved Jodoformprøven. Det nederste Vædskeleg fraskilles som omtalt Pag. 54 og benyttes til Prøve for Kloroform ved Kogning med Natriumkarbonat (efter 2., Pag. 54) og ved Reduktionsprøven med Fehlings Vædske (efter 3., Pag. 54).

Iøvrigt vil Opløsningens Lugt give væsentlige Oplysninger, og saafremt Temperaturen under Opvarmningen stiger til 100° samtidig med Kogningens Begyndelse, vil der naturligvis ikke være Æter, Kloroform eller Vinaand til Stede.

Saafremt Vædsken skummer saa stærkt, at Destillationen ikke kan foretages, skyldes det sandsynligvis Sæber; disse fjernes da som Kalksæber ved Tilsætning af Kalciumhydroxyd og paafølgende Filtrering.

II. Undersøgelse for opløste Stoffer.

A. Uorganiske Stoffer.

Ammoniak og Kulsyre paavises i selve Opløsningen paa sædvanlig Maade.

Svovlsyre, Fosforsyre og Saltsyre: Til 5 cm^3 af Analysen sættes et Overskud af Natriumkarbonatopløsning, og derpaa inddampes til Tørhed. Inddampningsresten foraskes i en Digel, og Undersøgelsen af Asken foretages som i faste Analyser (jvfr. Pag. 6). Hvis Svovlsyre og Fosforsyre findes her, maa de ogsaa søges under de kalkfældende Syrer, og hvis Saltsyre findes i Asken, maa den tillige søges under de flygtige Syrer, forudsat at Kloroform ikke er til Stede.

Hvis Kloroform er til Stede, kan ingen af de 2 Prøver benyttes til Paavisning af Saltsyre, idet Kloroform spaltes af Natriumkarbonat under Dannelse af Myresyre og Klorbrinte. Man benytter da følgende Fremgangsmaade: ca. 5 cm^3 Analyse

rystes med 2 Rumfang Vand, hvorved Kloroformet udfældes; der filtreres gennem et Filter, der i Forvejen er vædet med Vand, og Filtratet, der kun indeholder en ubetydelig Mængde Kloroform, koges et Øjeblik, hvorefter der tilsættes et Overskud af Natriumkarbonatopløsning; fremkommer der Bundfald, frafiltreres det, og Filtratet gøres stærkt surt med Salpetersyre, hvorefter der tilsættes Sølvnitrat.

Metaller: Analysen inddampes til Tørhed, og Inddampningsresten undersøges for Metaller paa samme Maade som en fast organisk Analyse (jvfr. Pag. 7).

B. Organiske Stoffer.

- a) *Flygtige Syrer.* Til den Rest, der blev tilbage i Fraktionskolben efter Afdestillation af Æter, Kloroform og Vinaand, sættes Fosforsyre til sur Reaktion og derefter yderligere et Overskud af 10 cm³. Vædsken underkastes en fraktioneret Destillation, som omtalt under flygtige Syrer, Pag. 48, og Destillaterne undersøges for *Salicylsyre*, *Myresyre*, *Eddikesyre*, *Saltsyre* og *Salpetersyre*.

Hvis Analysen har indeholdt Kloroform, vil man imidlertid altid faa Reaktion for Myresyre og Saltsyre, da Kloroform som tidligere omtalt spaltes af Natriumkarbonat.

Man benytter i saa Fald følgende Fremgangsmaade: 25 cm³ Analyse rystes med 50 cm³ Vand, og det vandige Lag frafiltreres gennem et Filter, der er vædet med Vand. Filtratet koges et Øjeblik, der tilsættes Natriumkarbonatopløsning til basisk Reaktion og inddampes til 5—10 cm³, som bringes over i Fraktionskolben og destilleres med Fosforsyre.

- b) *Alkaloider.* Til 10 cm³ af Analysen sættes fortyndet Saltsyre til sur Reaktion; hvis Vædsken i Forvejen reagerer surt, tilsættes et Par Kubikcentimeter fortyndet Saltsyre, og mulig tilstedeværende Æter, Kloroform og Vinaand fjernes ved Afdampning paa Vandbad; der tilsættes lidt Vand, og i en ringe Del af Opløsningen søges for Alkaloider med Kaliumvismutjodid. Hvis man herved faar positiv

Reaktion, sættes til Hovedportionen et Overskud af Natriumkarbonatopløsning, og derefter inddampes til Tørhed paa Vandbad. Inddampningsresten udtrækkes med Eddikeæter o. s. v. (jvfr. Pag. 45).

- c) *Øvrige organiske Stoffer.* En Metode, der altid vil kunne anvendes, bestaar i at inddampe Opløsningen til Tørhed paa Vandbad og derefter undersøge Inddampningsresten som en fast organisk Analyse ved at udtrække den med Æter, Vinaand, Vand o. s. v. Men denne Fremgangsmaade er besværlig og i Almindelighed ikke nødvendig, idet man efter Undersøgelsen af tilstedeværende Opløsningsmidler og Vædskens Reaktion faar Oplysninger, der simplificerer Undersøgelsen betydelig.

1) *Analysen indeholder af Opløsningsmidler kun Vand.*

I saa Fald kan Fedtstoffer, frie Fedtsyrer og Salicylsyre udelukkes, og da Urinsyre og Stivelse ikke gives i flydende Analyser, bliver følgende at bemærke:

a) *Vædsken reagerer surt.* Undersøgelsen omfatter da *Druesukker, Garvesyre, Urinstof og kalkfældende Syrer*, idet man, naar Vædsken reagerer surt, kan udelukke Albumin og Sæbe, og da Rørsukker og Gummi ikke gives sammen med frie Syrer. Undersøgelsesmaaden for en saadan Blanding er omtalt under det vinaandige Udtræk (jvfr. Pag. 33 og 43).

β) *Vædsken reagerer neutralt eller basisk.* Undersøgelsen omfatter da *Rørsukker, Druesukker, Sæbe, Urinstof, kalkfældende Syrer* (som Alkalisalte eller Ammoniumsalte), *Albumin og Gummi.*

Man søger først for *Albumin og Gummi.*

Til en lille Del af Vædsken sættes Eddikesyre til sur Reaktion og et Par Draaber Natriumkloridopløsning, hvorefter der opvarmes til Kogning. Findes Albumin, vil dette udkoagulere og identificeres da ved Millons Reaktion. Til Filtratet fra det udfældede Albumin sættes et Par Draaber Blyacetatopløsning og et Par Kubikcentimeter

Ammoniumsulfid; findes Gummi, vil Vædsken ved Filtrering give et kaffebrunt Filtrat.

Hvis Albumin eller Gummi ikke findes, frembyder Undersøgelsen for de øvrige Stoffer ingen Vanskeligheder.

Hvis derimod Albumin eller Gummi findes, vil det være det simpleste, at inddampe en passende Mængde af Opløsningen til fuldstændig Tørhed paa Vandbad. Af Inddampningsresten fremstilles paa sædvanlig Maade et vinaandigt Udtræk, der undersøges for Rørsukker, Druesukker, Sæbe og Urinstof. Den i Vinaand uopløste Rest undersøges for kalkfældende Syrer, der dog ikke gives sammen med Gummi.

- 2) *Analysen indeholder Æter, Kloroform eller Vinaand.*
I saa Fald kan Albumin og Gummi udelukkes.

Af en passende Portion af Vædsken (i Almindelighed 25—30 cm³) afdampes mulig tilstedeværende Æter, Kloroform og Vinaand under Tilsætning af Vand. Herved vil *Fedtstoffer, Fedtsyrer* og *Salicylsyre* udskilles; hvis Salicylsyre findes, afkøles godt, og efter $\frac{1}{2}$ Times Henstand filtreres.

Hvis *Filtratet reagerer surt*, undersøges det for: *Druesukker, Garvesyre, Urinstof* og *kalkfældende Syrer*.

Hvis *Filtratet reagerer neutralt eller basisk*, omfatter Undersøgelsen: *Druesukker, Rørsukker, Sæbe, Urinstof* og *kalkfældende Syrer*, der kan findes som Alkali eller Ammoniumsalte.

