

Analytische Chemie.

Methode zur Bestimmung des Chinins im Chinintannat, von Sigmund Neumann (*Zeitschr. f. anal. Chem.* 28, 663—668). Nach Orrillard wird der Chiningehalt des Tannates durch Eindampfen mit Kalkmilch und Ausziehen des Rückstandes mit Alkohol und weitere Verarbeitung des alkoholischen Auszuges gefunden. Nach den Beobachtungen des Verfassers erhält man dabei zu wenig Chinin, weil die Kalkmischung vom Alkohol nicht völlig erschöpft wird; es wird nun vorgeschlagen, die Zersetzung des Chinintannates durch Schütteln mit Kalilauge bei Gegenwart von Aether vorzunehmen. Die leicht trennbare Aetherschicht hinterlässt dann beim Verdunsten das Chinin; das Verfahren wird des Näheren besprochen. F. Mylius.

Ueber schnelle Erkennung und Bestimmung eines Chlorgehaltes in Rhodanalkalien, von C. Mann (*Zeitschr. f. anal. Chem.* 28, 668—669). In eine Mischung von Kupfersulfatlösung und Rhodan-salz wird Schwefelwasserstoff geleitet, bis das Kupferrhodanür gefällt ist und der Niederschlag anfängt braun zu werden. Nach Zusatz einer weiteren Menge Kupfersulfatlösung zeigt das Filtrat mit Silberlösung das etwa vorhandene Chlor, aber kein Rhodan mehr an.

F. Mylius

Zur Kenntniss der Spirituskörper, von H. Borntraeger (*Zeitschr. f. anal. Chem.* 28, 670). Für normalen Propylalkohol und Gährungsbutylalkohol werden einige Kennzeichen angegeben. Im Hinblick auf die Spiritusanalyse ist besonders das Verhalten zu Chloroform bemerkenswerth. Schüttelt man einen auf 30 pCt. verdünnten Rohspiritus mit Chloroform, so enthält die schwere Schicht Amylalkohol, Acetal, Aldehyd und Gährungsbutylalkohol, während Aethylalkohol, Essigsäure und der gleichfalls im Rohspiritus vorkommende tertiäre Butylalkohol in der überstehenden Flüssigkeit verbleiben.

F. Mylius.

Zur Bestimmung des Kupfers durch Ueberführung des Schwefelkupfers in Kupferoxyd, von Carl Holthof (*Zeitschr. f. anal. Chem.* 28, 680—681). Der Verfasser findet, dass kleine Mengen Schwefelkupfer (0.1—0.2 g), im feuchten Filter verascht und geglüht, vollständig in Kupferoxyd übergehen, ohne dass eine Spur Schwefelsäure darin nachweisbar ist. Grössere zuvor getrocknete Mengen Kupfersulfid hinterlassen beim Glühen schwefelsäurehaltiges Oxyd.

F. Mylius.

Zur Kenntniss des Butterfettes, von St. Bondzynski und H. Rufi (*Zeitschr. f. anal. Chem.* 29, 1—6). Die Verfasser haben unabhängig von Morse und Burton (vergl. *diese Berichte* XXI, Ref. 896), welche sich mit dem gleichen Gegenstande beschäftigten, Methoden zur Bestimmung der löslichen Säuren in der Butter ausgearbeitet. Die Bestimmung geschieht entweder indirect (1) oder direct (2). Beide Methoden liefern Zahlen, welche mit einander und mit den bei der Destillation erhaltenen genau übereinstimmen. — 1) 4 bis 5 g Butter werden mit 50 — 60 ccm $\frac{1}{2}$ normaler alkoholischer Kalilauge rasch verseift, das überschüssige Kali mit $\frac{1}{2}$ Normalsalzsäure neutralisirt; dann der Alkohol durch Abdampfen entfernt, die Seife mit überschüssiger Salzsäure zerlegt, die abgeschiedenen unlöslichen Fettsäuren auf einem Filter mit heissem Wasser gewaschen, in Alkohol aufgelöst und mit $\frac{1}{2}$ normaler oder $\frac{1}{4}$ normaler alkoholischer Kalilauge titrirt. Aus der Differenz zwischen der Menge des an die Gesamtsäuren gebundenen Kalihydrates und der zur Neutralisation der unlöslichen Säuren verbrauchten Lauge ergibt sich die Zahl der Cubikcentimeter Normallauge, welche zur Neutralisation der flüchtigen (löslichen) Säuren erforderlich ist. 2) 4 — 5 g Butter werden mit 50 — 60 ccm $\frac{1}{2}$ normaler alkoholischer Kalilauge verseift, der Alkohol durch Abdampfen entfernt und die wässrige Seifenlösung mit der der angewandten Kalilauge entsprechenden Menge $\frac{1}{2}$ Normalschwefelsäure versetzt; die ausgeschiedenen unlöslichen Säuren werden sodann ausgewaschen und im Filtrat die flüchtigen (löslichen) Fettsäuren mit $\frac{1}{10}$ Normallauge titrirt. — Die freien flüchtigen resp. löslichen Säuren konnten erst im vorgerückten Stadium der Zersetzung der Butter nachgewiesen werden; weitere Versuche sprechen dafür, dass das Ranzigwerden der Butter hauptsächlich der Entstehung der freien unlöslichen Säuren, z. B. der Oelsäure, und nicht der flüchtigen zuzuschreiben sei. Es wird hier an die Beobachtungen von E. Lüdy (Inauguraldissertation, Bern 1888) und hinsichtlich der vorhandenen Oxysäuren an die von Benedikt (*Zeitschr. f. analyt. Chem.* 27, 524) angeknüpft.

F. Mylius.

Beiträge zur Fettanalyse, von Hugo Noerdlinger (*Zeitschr. f. anal. Chem.* 29, 6—13). In einer Anzahl zur Oelfabrikation dienender Sorten von Samen, wie Rübsen, Mohn, Sesam, Ricinus, Erdnüsse, Palmkerne, Cocos, Lein, sowie in deren Presskuchen wurde der Gehalt an Fett und an freien Fettsäuren bestimmt. Als Mittel zur Extraction diente Petroleumäther.

F. Mylius.

Ueber die Trennung des Baryts vom Strontian, von R. Fresenius (*Zeitschr. f. anal. Chem.* 29, 20—28). Bei einer Revision der Methoden zur Trennung des Baryts vom Strontian hat der Verfasser

zunächst das von H. Rose angegebene Verfahren geprüft, welches auf der Einwirkung von kohleisernen Alkalien auf das in Wasser vertheilte Gemisch der Sulfate beruht. Hierbei sollte das Strontiumsulfat zersetzt werden, während Baryumsulfat unangegriffen bleibt. Fresenius kommt durch seine Versuche zu dem Ergebniss, dass eine zuverlässige Trennung der alkalischen Erden auf diese Weise nicht erzielt werden kann, weil entweder etwas Strontiumsulfat unzersetzt bleibt oder etwas Baryumsulfat zugleich mit dem Strontiumsulfat in das Carbonat übergeführt wird. Gewöhnlich treten beide Erscheinungen zu gleicher Zeit auf. — Durch diese Untersuchung von Fresenius werden frühere Beobachtungen von P. Schweitzer in jeder Hinsicht bestätigt.

F. Mylius.

Ueber die Analyse von Chromeisen, von R. Fresenius und E. Hintz (*Zeitschr. f. anal. Chem.* 29, 28—35). Ausführliche Beschreibung der analytischen Operationen. Chromeisen geht nur bei wochenlangem Erhitzen mit Salzsäure in Lösung unter Hinterlassung von Graphit; zur Bestimmung der übrigen Bestandteile ist das Material durch wiederholtes Erhitzen im Chlorstrom aufzuschliessen. Alle Einzelheiten sind im Original nachzulesen.

F. Mylius.

Die Anwendung des elektrischen Leitungsvermögens zu quantitativen Bestimmungen von E. Reichert, von A. Fock (*Zeitschr. f. anal. Chem.* 29, 35—56). Die von Fresenius in seiner Zeitschrift abgedruckte kritische Abhandlung von Fock ist in der Zeitschrift des Vereins für Rübenzucker-Industrie 1889, pag. 710 erschienen; da sie sich für den Auszug nicht eignet, kann hier nur darauf verwiesen werden. (Vergl. *diese Berichte* XXII, Ref. 170.)

F. Mylius.

Ein neues Verfahren zur volumetrischen Bestimmung von Brom in Gegenwart von Chlor und Jod, von Norman Mc. Culloch (*Chem. News* 60, 259). Das Verfahren ist auf folgende Reactionen basirt: 1. Wenn Permanganatlösung zu einer stark salzsauren Lösung von Manganchlorür hinzugesetzt wird, so entsteht Manganchlorid, welches bei Gegenwart von Bromiden oder Jodiden die Halogene in Monochlorverbindungen umwandelt: $\text{HBr} + \text{Mn}_2\text{Cl}_6 = \text{HCl} + \text{BrCl} + 2\text{MnCl}_2$. 2. Chlor, Brom und Jod sowie ihre Verbindungen miteinander werden durch Cyanwasserstoffsäure in folgender Weise zerlegt: $2\text{Cl} + \text{HCN} = \text{HCl} + \text{CNCl}$. Wenn man also zu einer Lösung, welche Chloride, Jodide und Bromide enthält, Salzsäure, Manganchlorür und Kaliumcyanid hinzusetzt und dann einen Ueberschuss von titrirter Permanganatlösung zufließen lässt, so vollzieht sich folgende Reaction: $\text{HBr} + \text{HJ} + 4\text{HCN} + 2\text{Mn}_2\text{Cl}_6 = \text{CNBr} + \text{CNJ} + 2\text{CNCl} + 4\text{MnCl}_2$. — Indem man die Menge der nicht gebrauchten Perman-

ganatlösung zurücktitrit, wird die Gesamtmenge des vorhandenen Broms und Jods bestimmt. Der Gehalt an letzteren wird in einem besonderen Versuch nach einem früher vom Verfasser angegebenen Verfahren (*diese Berichte* XXII, 543 c) ermittelt und aus der Differenz die Menge des Broms berechnet.

Freund.

Untersuchung manganhaltiger Zinkblendes mittelst Natriumsulfids, von W. Stahl (*Berg- und Hüttenm. Ztg.* 1890, 5). Die Erzprobe, 0.5 g, wird in Salpetersäure gelöst, die Lösung stark eingedampft und mit Kaliumchlorat versetzt. Alsdann verdünnt man und fügt 20—30 ccm Ammoniak hinzu. Im Niederschlage befindet sich jetzt sämtliches Mangan, sowie fast alles Blei. Die kleinen Quantitäten von letzterem, die noch in Lösung sind, werden mit Ammoniumphosphat gefällt und das Zink im Filtrat titrimetrisch mit Natriumsulfid bestimmt, indem man Bleipapier als Indicator benutzt.

Freund.

Neue Porzellanschalen für quantitative Arbeiten, von O. Knöfler (*Zeitschr. f. anal. Chem.* 28, 673). Zur besseren Erkennung weisser Niederschläge hat der Verfasser farbige (grüne) Porzellanschalen bei der Firma Max Kaehler & Martini (Berlin) arbeiten lassen.

F. Mylius.

Neuer Kaliapparat, von S. Schiff (*Zeitschr. f. anal. Chem.* 28, 679). Der durch Zeichnung anschaulich gemachte Apparat entspricht im Princip dem von Geissler; das Röhrchen mit dem festen Kali befindet sich jedoch senkrecht über den 4 Absorptionsgefässen, und das Ganze ist von einem cylindrischen Glasgefässe umschlossen, wodurch der Apparat symmetrisch erscheint.

F. Mylius.

Knöfler's Apparat zur Bestimmung des Wassergehaltes von Holzstoff, Cellulose, Farbhölzern, Seide etc. (*Chem.-Ztg.* 13, 1705). Es muss auf das Original verwiesen werden, da ohne die selbst befindliche Zeichnung der Apparat sich in Kürze nicht erläutern lässt.

Freund.