

Analytische Chemie.

Ein Verfahren zur Bestimmung von Jod in einem Gemenge von Haloidsalzen, von F. A. Gooch und P. E. Browning (*Americ. Journ. of Science* [3] 39, 188—201). Die Methode gründet sich auf die Thatsache, dass Arsensäure in Gegenwart von Schwefelsäure bestimmter Concentration durch Jodwasserstoffsäure zu arseniger Säure reducirt wird. Auf mehrere Reihen zahlreicher Versuche wurde folgende Vorschrift gegründet: Die Substanz, welche nicht mehr Chlor enthalten soll, als in 0.5 g Chlornatrium vorhanden ist, und nicht mehr Brom und Jod als 0.5 g Bromkalium, beziehentlich 0.5 g Jodkalium entspricht, wird in einer Erlenmeyer'schen Flasche von etwa 300 ccm Inhalt in Wasser gelöst, dazu eine Lösung von 2 g Monokaliumarseniat und 20 ccm einer Mischung aus gleichen Theilen Schwefelsäure und Wasser gegeben und noch soviel Wasser zugesetzt, dass das Gesamtvolumen 100 ccm oder ein wenig darüber beträgt. Dann wirft man eine Platindrahtspirale hinein und kocht die Flüssigkeit bis auf etwa 35 ccm ein. Eine an der Flasche angebrachte Marke bezeichnet dieses Volumen, welches sorgfältig einzuhalten ist, da bei stärkerer Concentration die Gefahr einer Verflüchtigung von Arsenchlorür und einer Reduction der Arsensäure durch Bromwasserstoff droht. Die noch übrige Flüssigkeit lässt man erkalten, neutralisirt dann nahezu mit Natriumhydroxyd, dann noch vollends mit Kaliumbicarbonat, fügt noch einen Ueberschuss des letzteren hinzu und titrirt die arsenige Säure durch eine Normaljodlösung. — Die Resultate erscheinen zufriedenstellend. Schertel.

Zwei Methoden der directen Bestimmung von Chlor in Gemischen alkalischer Chloridé und Jodide, von F. A. Gooch und F. W. Mar (*Americ. Journ. of Science* [3] 39, 293—302). Verdünnte Lösungen von Chlorwasserstoff lassen sich auf eine gewisse Concentration einkochen, ohne dass längere Zeit in die Dämpfe eingehängtes Lakmuspapier geröthet wird. Die Verfasser zerlegen deshalb die Jodverbindung, verflüchtigen das Jod durch Kochen und fällen das Chlor aus der jodfreien Lösung. Durch zahlreiche Versuche wurde folgendes Verfahren als zufriedenstellend erprobt: In einer Erlenmeyer'schen Flasche von 1 L. Inhalt wird die Lösung des alkalischen Chlorides und Jodides, welche etwa 400 ccm ausmacht, mit 10 ccm verdünnter Schwefelsäure (1 Theil Säure : 1 Theil Wasser) versetzt und 2 g schwefelsaures Eisenoxyd oder das entsprechende Gewicht Eisenalaun und 3 ccm Salpetersäure (1.4) dazu gegeben. Um mechanischen Verlust beim Kochen zu vermeiden,

steckt man eine kurz abgeschnittene, gerade, mit zwei Kugeln versehene Trockenröhre mit dem weiteren Ende in den Hals der Flasche. Man kocht nun, bis die entweichenden Dämpfe kein Jod mehr erkennen lassen. Als empfindliches Reagens auf geringe Mengen erheissen Dämpfen vermischten Jods empfehlen die Verfasser rothes Lakmuspapier, welches von Jod lavendelblau gefärbt wird. Wenn ein Streifen Lakmuspapier, nachdem es etwa 2 Minuten in den austretenden Dämpfen verweilt, die charakteristische graublaue Färbung nicht angenommen hat, setzt man noch 1 ccm Salpetersäure hinzu und prüft nochmals auf Jod. Sind auch jetzt die Dämpfe jodfrei, so wird das Chlor mit Silbernitrat bestimmt. Statt das Jod mit Ferrisulfat frei zu machen, kann man mit gleich gutem Erfolge Salpetrigsäure, aus 2 g Natriumnitrit mittels Schwefelsäure entbunden, in die Lösung einleiten. Besondere Versuchsreihen ergaben, dass bei der oben beschriebenen Concentration der Flüssigkeit der Zusatz von Salpetersäure keinen Verlust von Chlor verursacht. Die Lösung kann bis 300 ccm eingekocht werden, ohne dass durch Entweichen von Salzsäure Fehler entstehen.

Schertel.

Ueber die Bestimmung der Salzsäure in einer Lösung von Hydroxylaminchlorhydrat, von J. A. Müller (*Bull. soc. chim.* [3], 3, 605). Hydroxylamin ist, wie viele Alkaloide sowie Pyridin, Picolin, Lutidin, ohne Reaction auf Phenolphthaleïn. Deshalb lässt sich Salzsäure in einer Lösung von Hydroxylaminchlorhydrat (siehe *diese Berichte* XXII, Ref. 271) mit Normalnatron, welches von Kohlensäure völlig frei ist, unter Anwendung von Phenolphthaleïn als Indikator titriren.

Schertel.

Eine Modification der Verbrennung mittelst Bleichromats, von Rudolf de Roode (*Americ. Chem. Journ.* 12, 226—228). Verfasser bedient sich einer Mischung von vier Gewichtstheilen Bleichromat und 1 Gewichtstheil Bleiglätte, welche er in Form feiner Pulver mischt, anfeuchtet und mittelst eines Spatels in erbsengrosse Klumpen theilt, die geglüht und dann in einem Mörser zu Stückchen von Weizenkorn-Grösse zerstoßen werden. Diese Masse schmilzt nicht bei Rothgluth.

Schertel.

Ueber die Reduction der Salpetersäure zu Ammoniak und über eine Bestimmungsmethode dieser Säure, von E. Boyer (*Compt. rend.* 110, 954—956). In ein Reagensglas von 0.3 m Länge und 0.022 m Weite bringt man 5 g Zinkkörner von Erbsengrösse, dann mittelst einer Pipette 10 ccm der Nitratlösung, welche höchstens 0.317 g Salpetersäure (= 0.5 g Natriumnitrat) enthalten darf, lässt darauf 5 ccm Salzsäure von der Dichte 1.19 und nach dem Aufhören

der Wasserstoffentwicklung nochmals 5 ccm derselben Säure nachfließen. Nach 10 Minuten ist unter diesen Umständen die Reduction zu Ammoniak vollendet, während man unter veränderten Bedingungen neben Ammoniak Oxyde des Stickstoffes und freien Stickstoff erhält. — Zur Austreibung resp. Bestimmung des Ammoniaks wird die Lösung mit Kalilauge bis zum Eintritt der alkalischen Reaction und alsdann mit 2g Magnesia versetzt und darauf destillirt u. s. w. Gabriel.

Bericht über Patente

von

Ulrich Sachse.

Berlin, den 28. Mai 1890.

Organische Verbindungen, verschiedene. F. Hlawaty in Wien. Verfahren zur Gewinnung von Benzol, Toluol, Xylol, Cumol, Naphtalin und Anthracen aus Petroleum, Petroleumrückständen, Steinkohlentheer, Steinkohlentheeröl, Schiefertheer, Schiefertheeröl, Braunkohlentheer, Braunkohlentheeröl, Paraffin, Vaseline. (D. P. 51553 vom 11. August 1888, Kl. 22.) Bei der Einwirkung von hoch erhitztem Wasserdampf oder Methyl- bzw. Aethylalkohol oder Essigsäuredämpfen, nachdem solche durch glühende Röhren geleitet sind, auf ein hoch erhitztes Gemisch von Petroleum, Petroleumrückständen, Steinkohlentheer, Steinkohlentheeröl, Schiefertheer, Schiefertheeröl, Braunkohlentheer, Braunkohlentheeröl oder Paraffin u. s. w. mit Kohlehydraten oder mit Cellulose jeglicher Art, wie z. B. Sägespäne, Torf, Lignit, Seegrass, Moos etc., oder mit Lävulose, Lactose, Saccharaten oder Mannit etc., insbesondere bei Gegenwart von Aetzalkalien und Durchleiten der entstandenen Dämpfe durch rothglühende Röhren, die mit Kohle und Eisenspänen (oder Contactsubstanzen) gefüllt sind, bilden sich, wie Versuche ergeben haben, sehr reichliche Mengen von Benzol und dessen Homologen sowie Anthracen. Auf diese Beobachtung gründet sich die vorliegende Erfindung, welche an folgendem Beispiel erläutert werden mag:

Wasserdampf, in einem Ueberhitzer weit über 400° C. erhitzt, wird in ein beliebig construirtes Gefäß geleitet, in dem 150 Theile