

methyl-, resp. -*i*-butyl-, resp. -*i*-amylester: 180—184°. 211—215°, 226—230°. — Vgl. hierzu die Notiz von Th. Purdie (*diese Berichte* XX, 1554), nach welcher die Umsetzung zwischen Säureestern und fremden Alkoholen bei Anwesenheit von etwas Natriumalkylat eine allgemeine gültige Reaction zu sein scheint.

Gabriel.

Analytische Chemie.

Ein neues Verfahren colorimetrischer Analyse mit Hilfe des Tintometers, von J. W. Lovibond (*Soc. Chem. Ind.* IX, 10—15). Das bereits in *diesen Berichten* XXII, Ref. 605, erwähnte Tintometer wird in weiteren Verwendungen vorgeführt.

Schertel.

Verfahren zur Bestimmung von Alkali in Gegenwart von Sulfiten, von Jas. Grant und J. B. Cohen (*Soc. Chem. Ind.* IX, 19—20). Die Lösung des alkalischen Sulfites wird mit Wasserstoffhyperoxydlösung gelinde aufgekocht, nach erfolgter Abkühlung mit Methylorange oder Lakmus versetzt und das Alkali titrit. Die genannten Indicatoren werden in der Kälte durch Wasserstoffhyperoxyd nicht verändert.

Schertel.

Trennung von Kobalt und Nickel, von James Hope (*Soc. Chem. Ind.* IX, 375—376). Aus der Lösung, aus welcher Eisenoxyd und Thonerde in der Form von basischen Acetaten ausgefällt sind, werden Nickel und Kobalt durch Schwefelwasserstoff niedergeschlagen, die Sulfide getrocknet, calcinirt und zur annähernden Bestimmung der Gesamtmenge beider Metalle gewogen. Die Oxyde werden in Salzsäure unter Zusatz von etwas Salpetersäure gelöst und durch Eindampfen mit wenig Schwefelsäure in Sulfate verwandelt. Der Rückstand wird mit heissem Wasser aufgenommen und die Lösung auf etwa 50 cm gebracht. Nun löst man Ammoniumphosphat, etwa das vierfache Gewicht beider Metalle, in der geringsten zureichenden Menge Wassers, erhitzt mit einigen Tropfen verdünnter Schwefelsäure zum Kochen und giebt diese Lösung zu der gleichfalls bis zum Kochen erhitzten Lösung der Metalle. Man fügt darauf verdünntes Ammoniak (1 Theil von 0.880 spec. Gew. auf 2 Theile Wasser) vorsichtig hinzu, bis der zuerst entstehende lichtblaue Niederschlag sich theilweise wieder löst, und versetzt weiter unter fortwährendem Umrühren tropfenweise mit Ammoniak, bis das Kobalt als krystallisches röthliches Kobaltammoniumphosphat, $\text{CoNH}_4\text{P}_2\text{O}_7$ ausfällt. Hat man das Becherglas 5 bis

10 Minuten unter zeitweiligem Umrühren auf dem Wasserbade erwärmt, so lässt man absitzen. Die Lösung wird durch ein kleines Filter decantirt, der Niederschlag im Glase mit wenig Schwefelsäure gelöst und nach Zugabe von etwas Ammoniumphosphat durch Ammoniak in der beschriebenen Weise nochmals gefällt. Nachdem das Kobaltphosphat auf dem Filter mit wenig heissem Wasser gewaschen und getrocknet worden ist, wird es durch längeres Glühen in Pyrophosphat umgewandelt und als solches gewogen. Wesentlich zur Gewinnung genauer Resultate ist, dass die Menge Ammoniak richtig bemessen werde. Zu wenig Ammoniak lässt Nickel beim Kobaltniederschlage, zuviel desselben kann etwas Kobalt in Lösung bringen. Man erwärme deshalb die gemischten Filtrate einige Minuten gelinde auf dem Sandbade; entsteht noch ein rother Niederschlag, so filtrire man denselben sofort ab und bringe ihn zur Hauptmenge. Die Nickelösung wird mit mehr Ammoniak versetzt und elektrolysirt. Die Beleganalysen sind befriedigend.

Schertel.

Die Anwendung von Thierkohle bei der Bestimmung des Fettes (Aetherextract) in Futterstoffen, von H. J. Patterson (*Americ. Chem. Journ.* 12, 261—265). Der Aetherextract der Futterstoffe enthält neben den Fetten noch andere Substanzen. Dieselben können entfernt werden, wenn man die ätherische Lösung über Thierkohle filtrirt. Aus dem Filtrate erhält man nach Verdunstung des Aethers einen Rückstand mit den Eigenschaften eines reinen Fettes. Einen Verlust an Fett durch die Thierkohle scheint nach einer grösseren Versuchsreihe die Lösung nicht zu erleiden, dagegen ergeben die Fettbestimmungen mit Anwendung von Thierkohle beträchtlich niedrigere Gehalte als diejenigen ohne Thierkohle ausgeführten.

Schertel.

Ueber eine neue Methode der Bestimmung des Schwefels in unorganischen Sulfiden, von P. Jannasch (*Journ. f. prakt. Chem.* 41, 566—574). Die in diesen Berichten XXII, Ref. 821 beschriebene Methode der Aufschliessung des Pyrits durch Erhitzen im Sauerstoffstrom ist mit einigen Modificationen auf andere Sulfide (Zinkblende, Kupferkies, Antimonit) ausgedehnt worden.

Schotten.

Ein neues Verfahren zur Bestimmung des in Wasser gelösten Sauerstoffs, von J. Thresh (*Chem. Soc.* 1890 [I], 185—195). Verfasser hat gefunden, dass salpetrige Säure in Gegenwart von Sauerstoff eine unbegrenzte Menge Jod aus Jodwasserstoff abzuscheiden im Stande ist, indem das bei der Reaction entstehende Stickoxyd als Sauerstoffüberträger wirkt. Auf diese Reaction ist das Verfahren gegründet. In einer mit Leuchtgas gefüllten Flasche wirken abgemessene Mengen des zu analysirenden Wassers und einer titrirten Kaliumnitritlösung auf den Jodwasserstoff, der in der bekannten Weise mit Hilfe von Jodkalium und verdünnter Schwefelsäure eingebracht

ist. Das frei gewordene Jod wird mit Hilfe von Natriumthiosulfat und Stärkekleister bestimmt und von der ganzen gefundenen Menge diejenige, welche der zugesetzten Menge Kaliumnitrit entspricht, abgezogen. Die Beleganalysen stimmen mit nach dem Verfahren von Roscoe und Lunt (*diese Berichte* XXII, 2717) ausgeführten Analysen gut überein. Inwieweit das Verfahren für die Untersuchung von Wässern verschiedener Herkunft brauchbar ist, lässt sich noch nicht sagen. Ein Gehalt des Wassers an Nitrit muss in Anrechnung gebracht werden; Nitrate üben keinen Einfluss, dagegen bringt ein Zusatz von 1 pCt. frischen Urins schon einen erheblichen Fehler mit sich. Eine vorherige Reinigung des zur Verdrängung der Luft benutzten Leuchtgases durch Pyrogallussäure hat sich als nicht nothwendig erwiesen.

Schotten.

Ueber die Bestimmung und Scheidung des Zinks bei Gegenwart von Eisen und Mangan, von J. Riban (*Compt. rend.* 110, 1196—1198). Das vom Verfasser bereits früher (*diese Berichte* XXI, Ref. 757) vorgeschlagene Verfahren beruht darauf, dass Zink bei Anwesenheit von Alkalihyposulfit durch Schwefelwasserstoff als Sulfid niedergeschlagen wird, während Eisen und Mangan (bis auf Spuren, welche vom Zinksulfid mitgerissen werden) in Lösung bleiben. Will man im Filtrat das Eisen nach der Oxydation mit Salpetersäure durch Ammoniak niederschlagen, so wendet man, um eine alkalifreie Fällung zu erhalten, statt des Natriumhyposulfits zweckmässig Ammoniumhyposulfit an.

Gabriel.

Ueber die Zusammensetzung der Thone und der Kaoline, von Georges Vogt (*Compt. rend.* 110, 1199—1202). Die genannten Mineralien sind mehr oder minder complexe Gemische von hydratischem Aluminiumsilicat, $2\text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, mit Trümmern verschiedener Mineralien. Zu ihrer Untersuchung bedient man sich mechanischer Verfahren (Schlämmen) oder chemischer Verfahren. Verfasser zeigt, dass man durch Schlämmen den reinen Thon von feinvertheiltem Quarz, Feldspath und Glimmer nicht zu trennen vermag, da letztere gleichfalls in Suspension bleiben. Die chemische Untersuchung des Thons mittelst Schwefelsäure, welche den Thon und Glimmer löst und den Feldspath und Quarz zurücklässt, ergibt, dass das Alkali im Thon von Glimmer oder von Feldspath herrühren kann und führt zu einer genaueren Kenntniss der näheren Bestandtheile des Thons.

Gabriel.

Ueber den Stickstoffabgang bei der Analyse von Guanidin- und Biguanidverbindungen nach der Methode von Will und Varrentrapp, von Julian Freydl (*Monatsh. f. Chem.* 11, 120—128). Als Hauptursache des Stickstoffdeficits bei der Analyse von Guanidin-

und Biguanidverbindungen mittelst Natronkalks hat der Verfasser in Uebereinstimmung mit Makris (*Lieb. Ann.* 184, 371) die Verbrennung des entstehenden Ammoniaks erkannt. Ein weiterer, aber kaum nennenswerther Verlust ist dadurch bedingt, dass sich nach Vollendung der Analyse Spuren von Cyansäure im Natronkalk vorfinden.

Gabriel.

Reclamation die Bestimmung des in den Methylalkoholen enthaltenen Acetons betreffend, von Vincent und Delachanal (*Bull. soc. chim.* [3], 3, 681—682).

Ein selbstregulirender Gasgenerator nach neuem Principe, von H. W. Hillger (*Amer. Chem. Journ.* 12, 228—230). Zum Verständnisse des Apparates ist die Hilfe der Zeichnung nöthig.

Schertel.

Bericht über Patente

von

Ulrich Sachse.

Berlin, den 11. Juni 1890.

Metalle. Salzbergwerk Neu-Stassfurt in Loederburg bei Stassfurt. Retortenofen zur Behandlung von pulverförmigen Substanzen mit Gasen bei Glühhitze. (D. P. 51209 vom 12. Mai 1889, Kl. 40.) Der Ofen besteht aus mehreren stehenden Retorten, in welchen entweder durch Auskleidung mittelst feuerbeständigen Materials Bänke oder durch Einmauerung von besonders geformten Steinen in den Retortenwandungen Vorsprünge gebildet werden. Auch kann man in Absätzen mauern, um dadurch jene Bänke herzustellen. Durch diese innere Einrichtung der Retorten soll erreicht werden, dass die letzteren sich nicht verstopfen, wodurch sonst das Durchstreichen der Gase gehindert würde.

J. C. von Breinlstein in Wien. Apparat zur Gewinnung der metallhaltigen Theile aus metallführendem Gestein oder Sand. (D. P. 50929 vom 14. August 1889, Kl. 1.) Behufs Abscheidung specifisch schwererer von specifisch leichteren