

Ber. für $C_{14}H_{15}N_3S$	Gefunden
C 65.37	65.45 pCt.
H 5.84	5.92 »

Oxydation des Phenylpropylen- ψ -sulfosemicarbazides.

Die Oxydation der ψ -Sulfosemicarbazide muss zum β -Methyltaurin führen, wenn die Base den ψ -Thiosinaminen analog constituirt sind.

5 g des Chlorhydrates der Phenylbase wurden unter Umschütteln mit 1500 ccm Bromwasser versetzt und zunächst auf dem Wasserbade, dann über freier Flamme zum Sieden erhitzt. Der nach völligem Verdampfen zurückbleibende braune Syrup wurde mit etwas 96 procentigem Alkohol versetzt, im Exsiccator längere Zeit stehen gelassen und die krystallinische Ausscheidung nach dem Abfiltriren mit absolutem Alkohol ausgewaschen. Den Rückstand krystallisirte man hierauf aus sehr wenig Wasser um. Die erhaltenen Krystalle zeigten völlig den Habitus des β -Methyltaurins und lieferten bei der Analyse:

Ber. für $C_3H_9NSO_3$	Gefunden
C 25.89	26.30 pCt.
H 6.47	6.25 »
S 23.02	23.30 »

Bei einem anderen Versuche gelang es bei der Oxydation mit Bromwasser eine körnige Ausscheidung zu erhalten. Aus ihr sublimirte gegen 150^0 ein gelber Körper, der jedoch in so geringer Menge auftrat, dass er nicht näher untersucht werden konnte.

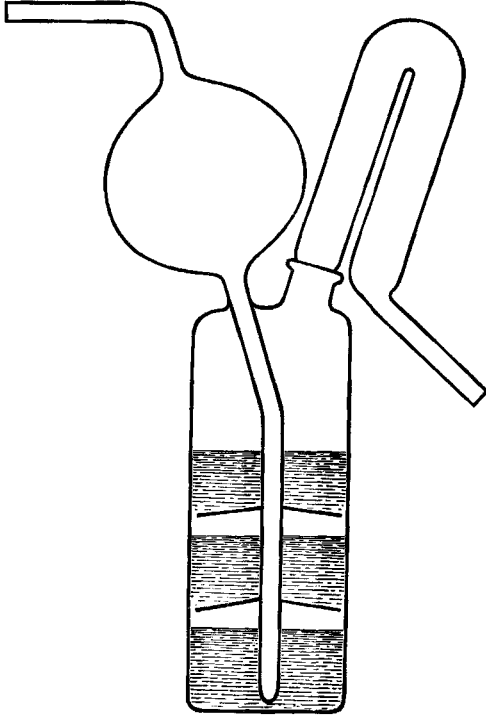
47. Alfred Delisle: Ein neuer Kaliapparat zur Benutzung bei Elementaranalysen.

(Eingegangen am 29. Januar.)

Die günstige Beurtheilung, welche einem nun schon vor nahezu Jahresfrist nach meinen Angaben verfertigten Kaliapparat seitens einiger mir nahestehenden Fachgenossen zu Theil geworden ist, veranlasst mich, denselben auch weiteren Kreisen bekannt zu geben.

Der neue Apparat, dessen mittlerer Querschnitt hier in $\frac{3}{4}$ der natürlichen Grösse abgebildet ist, besitzt im Wesentlichen eine cylindrische Gestalt. Die der Verbrennungsröhre entströmenden Gase werden, nachdem sie eine Kugel, die zur Aufnahme von allenfalls zurücksteigender Kalilauge bestimmt ist, passirt haben, durch eine in

das cylindrische Gefäss eingeschmolzene Glasröhre bis nahe auf den Boden desselben geleitet und entweichen, sofern sie nicht durch die Lauge absorbiert werden, durch das aufgeschliffene U-förmig gebogene Kaliröhrchen. An zwei Stellen der Gaszuleitungsröhre sind Scheiben oder vielmehr Kappen in der Weise angebracht, dass daselbst die Röhre zunächst zu Kugeln aufgeblasen und noch in der Hitze zusammengedrückt wurde. Diese Kappen verlaufen schwach conisch nach unten und reichen mit ihrem äusseren Umfange sehr nahe an die innere Wandung des Gefässes. Es fangen sich daher unter den-



$\frac{3}{4}$ natürl. Grösse.

selben, sowie die Verbrennung eingeleitet wird, Luftblasen an und heben die Kalilauge derart, dass dieselbe sich in drei durch zwei Luftkissen vollkommen von einander geschiedene Schichten trennt und die Waschung der Verbrennungsgase eine dreifache ist. Die Füllung und Entleerung des Apparates geschieht durch den Tubulus, in welchen das Kaliröhrchen eingeschliffen ist. Das letztere wird zweckmässiger Weise zur Hälfte (der aufsteigende Theil) mit Chlorcalcium oder Natronkalk, zur Hälfte (der nach abwärts gerichtete Theil) mit Kalistückchen gefüllt. Die Kalilauge soll nach der Füllung nur wenig, etwa 3 mm,

über die obere Kappe zu stehen kommen. Das Gewicht des Apparates¹⁾ im Gebrauch beträgt ca. 65 g.

Da die mit diesem Apparate schon zahlreich ausgeführten Kohlen- säurebestimmungen an Genauigkeit nichts zu wünschen übrig lassen, so zweifle ich nicht, dass derselbe in Bälde mit Rücksicht auf die äusserst bequeme Handhabung, namentlich was Füllung und Reinigung anbelangt, sich neue Freunde gewinnen wird.

Karlsruhe, im Januar 1891.

48. Paul Jannasch: Ueber eine neue Methode zur Auf- schliessung der Silikate.

(Eingegangen am 28. Januar.)

Die nachstehende Mittheilung enthält ein neues Verfahren zum Aufschliessen derjenigen Silikate, welche durch Salzsäure unter den gewöhnlichen Verhältnissen nicht vollkommen zersetzbar sind und in- folge dessen durch Schmelzen mit Soda, sowie zur Bestimmung der Alkalien durch eine besondere Behandlung mit Flusssäure und Schwefelsäure aufgeschlossen werden müssen. Meine Methode hat vor Allem den Zweck, den üblichen, sehr umständlichen systematischen Gang dieser Analysen bedeutend zu vereinfachen und dadurch wesent- lich an Zeit und auch an Genauigkeit zu gewinnen. Am Geeignetesten zur Erreichung des obigen Zieles erwies sich mir die Behandlung der bisher durch Salzsäure quantitativ nicht aufschliessbaren Silikate mit dieser Säure unter Druck bei höherer Temperatur. Versuche hierüber im blossen Glasrohr sind schon angestellt worden²⁾, mussten aber für die quantitative Analyse bedeutungslos bleiben, insofern ja das Glas selbst ein Silikat ist und in variablen Mengen ebenfalls mit an- gegriffen wird. Ich habe mich von diesen Nebenwirkungen dadurch völlig unabhängig gemacht, dass ich die Aufschliessung in einem be- sonderen Platingefäss vornehme und das Glasrohr nur als Umhüllungs- rohr benutze. Nach diesem Princip ist die Möglichkeit gegeben, jede Silikatanalyse in eine einfache Zeolithanalyse zu verwandeln, ein Vortheil, dessen Tragweite für den Analytiker klar zu Tage liegt.

¹⁾ Derselbe wird von der Firma Cornet Heinz in Aachen zu einem mässigen Preise in tadelloser Ausführung geliefert.

²⁾ Auf die speciellen Literaturnachweise komme ich später in einer aus- führlichen Abhandlung über die Methode zurück.