

Analytische Chemie.

Neues Verfahren zur Bestimmung des im Wasser gelösten Sauerstoffes, von G. Linossier (*Bull. soc. chim.* [3] 5, 63 — 66). Der gelöste Sauerstoff wird durch Eisenoxydutartrat in alkalischer Lösung absorbiert, welches man tropfenweise zu dem mit Phenosafrain gefärbten Wasser zutreten lässt. Sobald der gelöste Sauerstoff verschwunden ist, bewirkt ein überschüssiger Tropfen der Eisenlösung Entfärbung. Bezüglich der eigenthümlichen Anordnung des Apparates und der Ausführung des Verfahrens muss auf das Original verwiesen werden.

Schertel.

Ergänzende Bemerkung zu einem Verfahren des Nachweises freien Chlors und von Chloriden in Gegenwart von Bromiden und Jodiden, von G. Denigès (*Bull. soc. chim.* [3] 5, 66 — 68). Zum Nachweis des Chlors nach dem in *diesen Berichten* XXIII, Ref. 776 beschriebenen Verfahren eignet sich besonders eine Lösung von 40 g Phenol und 5 g Anilin in 1 L Wasser. Einige Cubikcentimeter dieses Reagens, nahe bis zum Sieden erhitzt, geben mit ganz geringen Mengen einer stark alkalischen Hypochloritlösung — wie sie sich an einem unten mit einem Knopfe versehenen und mit einer 30—40 procentigen alkalischen Lauge befeuchteten Glasstabe bildet, wenn derselbe in eine chlorhaltige Atmosphäre getaucht wird — unverzüglich eine schöne blaue Färbung.

Schertel.

Pyrrrol, ein Reagens für Aldehyde. Lepidin, $C_{10}H_9N$, ein Reagens für Holzstoff und eine Reihe von ätherischen Oelen, von Anton Ihl (*Chem. Ztg.* XIV, 1571). Nach den Erfahrungen des Verfassers ist von allen bekannten Ligninreagentien eine alkoholische Pyrrrollösung am empfindlichsten und selbst dem Phloroglucin vorzuziehen. Bei Gegenwart von Salzsäure bewirkt diese Pyrrrollösung beim gelinden Erwärmen mit allen Aldehyden eine Rothfärbung. In ähnlicher Weise, jedoch weniger empfindlich, reagirt Lepidin.

Freund.

Ueber einen neuen Apparat zur Methoxybestimmung, von Leo Ehmann (*Chem. Ztg.* XIV, 1767). Die Bestimmung erfolgt nach dem bekannten, von Zeisel angegebenen Verfahren. Wegen der Einzelheiten des Apparates muss auf das Original verwiesen werden, welchem ein Holzschnitt beigelegt ist.

Freund.

Mittheilungen aus dem chemischen Laboratorium der Bergakademie zu Clausthal von W. Hampe (*Chem. Ztg.* XIV, 1777—1780).
1. Arsengehalt eines Stangenphosphors. In einem Stangenphosphor, welcher zur Bereitung von phosphoriger Säure gedient hatte,

wurde ein Gehalt von 0.53 pCt. Arsen nachgewiesen. 2. Verunreinigung der Flusssäure durch Aufbewahren in Hartgummi-gefässen. Chemisch reine Flusssäure nimmt in Berührung mit Hartgummi organische Bestandtheile auf. Vor der Verwendung zur Eisenoxydulbestimmung in Silicaten muss solche verunreinigte Säure mit Permanganat bis zur schwachen Röthung versetzt werden, weil sonst die Titration des Oxyduls zu hoch ausfällt. 3. Darstellung von arsenfreiem Schwefelwasserstoff. Die Entwicklung wird mit Hilfe von reinem krystallisirten Schwefelnatrium und verdünnter Schwefelsäure vorgenommen und das Gas mit Wasser oder Sodalösung gewaschen. 4. Entfernung von Salzsäure aus Chlorgas für analytische Zwecke. Das Chlorgas wird mit einer concentrirten Lösung von Kaliumpermanganat gewaschen, bevor es die Trockenapparate passirt. 5. Analyse eines Aluminiums. Es wurden 93 pCt. Aluminium, 3 pCt. Silicium, fast 2 pCt. Eisen und 0.9 pCt. Kohlenstoff gefunden. Kupfer, Calcium, Blei und Antimon fand sich nur in kleiner Menge. 6. Oxydation von Feingold durch elektrolytisch abgeschiedenen Sauerstoff. Wenn man einen elektrischen Strom durch verdünnte Schwefelsäure leitet, bei Anwendung einer Anode von Feingold, so scheidet sich in geringer Menge ein braunes Pulver ab, welches nach dem Trocknen beim Erhitzen explodirt und ein wasserhaltiges Oxyd des Goldes vorstellt. 7. Methoden zur Bestimmung von Schwefel in Handels- wie Werkbleien. Das Blei wurde entweder im Chlorstrom verbrannt, und die in der Vorlage angesammelte Schwefelsäure mit Chlorbaryum gefällt, oder die Oxydation wurde durch Eintragen des Bleies in geschmolzenen Salpeter bewirkt. 8. Eine eigenthümliche Erscheinung beim Versieden von Zinkvitriollauge. Es wurde die Abscheidung von Halbschwefelkupfer beobachtet, dessen Auftreten durch die Einwirkung von in der Lauge vorhandenem Zinkthiosulfat auf Kupfersulfat sich erklären lässt. 9. Eine spontane Explosion von (sogenanntem) Silbersuperoxyd. Um die Ursache der Explosion von Silbersuperoxyd und womöglich die Constitution des letzteren zu ermitteln, wurde ein Quantum desselben bereitet, indem man eine zwanzigprocentige Lösung von Silbernitrat mittelst einer Bunsen'schen Tauchbatterie von 8 Elementen der Elektrolyse unterwarf. Als negativer Pol diente ein breiter, als positiver ein schmaler Platinspatel. An letzterem schieden sich bald nadelförmig an einander gereihte Octaëder von Silbersuperoxyd ab. Mit Wasser fein verrieben, entwickelt das Präparat Bläschen von Sauerstoff. Die abfiltrirte und im Exsiccator getrocknete Substanz ergab bei der Analyse Zahlen, aus denen sich schliessen lässt, dass das Präparat neben Silbersuperoxyd, AgO , halbsalpetersaures Silber, $(\text{Ag}_2\text{O})_2\text{N}_2\text{O}_5$, enthielt. Die Entwicklung von Sauerstoff, welche das Präparat, wie erwähnt, beim Verreiben mit

Wasser zeigt, will Verfasser durch die Annahme erklären, dass sich bei der Elektrolyse auch gewisse Mengen von unlöslichem viertelsalpetersauren Silbersuperoxyd bilden. Letzteres würde sich dann folgendermassen zersetzen: $(AgO)_4N_2O_3 = (Ag_2O)_2N_2O_3 + 2O$. Eine solche Entwicklung von Sauerstoff hat jedenfalls die anfangs erwähnte Explosion eines gleich nach der Darstellung in ein Rohr eingeschmolzenen Präparates verursacht.

Freund.

Einige Punkte in der Bestimmung von Kieselsäure in Silicaten durch Schmelzen mit Alkalicarbonat, von James P. Gilbert (*Analyst*. 1890, Bd. XV, 176—179, 187—179).

Freund.

Ueber die Bestimmung des Nicotins bei Gegenwart von Ammoniak, von A. Pezzolata (*Gazz. chim.* XX, 780—798). Verfasser schlägt vor, die verschiedenen Mängel der bisherigen Methoden der Nicotinbestimmung durch Einführung einer neuen Methode zu beseitigen. Dieselbe beruht darauf, dass Nicotin, in 96 procentigem Alkohol gelöst, auf Lakmus oder Alizarin ohne Einwirkung ist; da ferner in so starkem Alkohol Ammoniumsulfat vollkommen unlöslich ist, so kann man mit Hülfe von alkoholischem Kali, welches Nicotin vollständig austreibt, nur die von Nicotin gebundene Menge Schwefelsäure und daraus die vorhandene Menge Nicotin leicht ermitteln. Man verfährt zur Bestimmung folgendermassen: durch Behandlung mit Magnesia und damit verbundene Destillation mit Wasserdampf scheidet man aus dem zu untersuchenden Taback das Ammoniak und Nicotin ab und fängt die übergehenden Basen in $\frac{1}{10}$ normaler Schwefelsäure auf. Den Ueberschuss von letzterer sättigt man, nachdem die Flüssigkeit auf 50—100 ccm abgedampft ist, genau mit Zehntelnormalalkali, bestimmt so die Gesamtmenge von Ammoniak und Nicotin und dampft zur Trockne ein. Den Rückstand nimmt man mit 60 ccm 98—99 procentigem Alkohol auf, welcher nur das Nicotinsulfat löst. Man titrirt nun unter Anwendung von Lakmus die entstandene Lösung unter lebhaftem Umrühren entweder mit alkoholischem oder mit wässrigem Alkali. Im ersten Falle fügt man nach Zusatz von 30 ccm Zehntelnormallösung 20 ccm 98—99 procentigen Alkohol hinzu und wiederholt diesen Zusatz nach jedem weiteren Verbrauch von 10 ccm Zehntelnormalalkali; im letzteren giebt man jene Menge für jeden verbrauchten halben Cubikcentimeter Normalalkali hinzu. Da Ammoniumsulfat sich beim Eindampfen zum Theil dissociirt, wird die im Abdampfrückstand nach obigem Verfahren ermittelte Schwefelsäuremenge etwas zu hoch ausfallen, mithin auch die daraus gefundene Menge des Nicotins. Um diesen Fehler zu vermeiden, bringt man eine, aus dem Ergebniss einer Versuchsreihe gefolgerte Correction an: Die Menge des beim Eindampfen unter den oben genannten Bedingungen sich dissociirenden Ammoniumsulfats beträgt nämlich 1.3 pCt.

des überhaupt davon vorhandenen Salzes. Will man diese Correction vermeiden, so kann man auch so verfahren, dass man nach Ermittlung der Gesamtmenge des Ammoniaks und Nicotins etwa soviel Normalschwefelsäure hinzugiebt, als zur Ueberführung der neutralen Sulfate in saure Sulfate nöthig ist, dann eindampft, die nachträglich zugesetzte Säure mit Normalalkali neutralisirt und nun mit soviel starkem Alkohol löst, dass man schliesslich eine Lösung in 96 bis 97 procentigem Spiritus erhält. Die zahlreichen, mit bekannten Mengen von Ammoniak und Nicotin nach diesem Verfahren ausgeführten Belegbestimmungen geben befriedigende Resultate, da das Maximum der Fehler, ± 0.8 pCt. des vorhandenen Nicotins, nur selten erreicht wird.

Foerster.

Bericht über Patente

von

Ulrich Sachse.

Berlin, den 29. Januar 1891.

Bergbau. F. H. Poetsch in Magdeburg. Neuerung an dem durch Patent 25015 geschützten Gefrierverfahren behufs Herstellung von Strecken und Tunnels in schwimmendem Gebirge. (D. P. 53654 vom 31. März 1889.) Das unter No. 25015¹⁾ patentirte Gefrierverfahren wird in der Weise ausgeführt, dass kalte Luft bis an die gegen das Tunnelinnere abgeschlossenen Arbeitsstösse geführt und die durch die Arbeitsstösse wieder erwärmte Luft abgesaugt wird, um dieselben zum Gefrieren zu bringen und das gefahrlose Heraushauen des Gebirges vor Ort sowie einen definitiven Ausbau des Tunnels zu gestatten.

Metalle. Fr. Burger in Hamburg. Verfahren zur Verhütung von Porenbildung im Golde. (D. P. 53401 vom 8. November 1889, Kl. 31). Um zu verhindern, dass beim Giessen des geschmolzenen Goldes sich Poren bilden, soll $\frac{1}{2}$ g des folgenden Gemisches zu 100 g geschmolzenem Golde zugefügt werden. Diese Mischung wird hergestellt, indem man 100 g chemisch reines Zink mit 2 g reinem Blei und 2 g reinem Wachs zusammenschmilzt und die Masse in entsprechende Formen giesst.

¹⁾ Diese Berichte XXII, 3, 780.