

reichlich löslich und krystallisirt in spindelförmigen Nadeln, welche sich rosettenartig anordnen. Bei 115° zersetzt es sich. Das Goldsalz bildet kleine, in Wasser und Alkohol leicht lösliche Nadelchen.

Foerster.

Ueber die Zusammensetzung der Base, welche in den Krystallen der Zellkerne der Leber enthalten ist, von V. Grandis (*Atti d. R. Acc. d. Lincei. Rendct.* 1890, II. Sem., 230—235). Das Platinsalz der in den Zellkernen der Leber vorkommenden Base (vergl. das vorhergehende Referat) hat die Zusammensetzung $C_5H_{14}N_2(HCl)_2PtCl_4$: Die freie Base ist also ein Isomeres des Pentamethylendiamins. Obgleich sie mit diesem unter allen Basen gleicher Zusammensetzung die grösste Aehnlichkeit aufweist, ist sie doch nicht damit identisch. Während nämlich das Pentamethylendiamin (Cadaverin) mit 3 und 4 Molekülen $HgCl_2$ sich verbindet, bildet das Chlorhydrat der Base aus den Zellkernen der Leber mit 1 Mol. $HgCl_2$ ein in zerfliesslichen Würfeln oder rechtwinkligen Prismen mit $2H_2O$ krystallisirendes Doppelsalz, welches sich über 100° zersetzt. Eine Benzoylverbindung vom Schmp. 175 bis 176° wurde erhalten, jedoch nicht analysirt. In physiologischer Beziehung hat die Base eine paralysirende Wirkung auf die Nervencentren, lässt aber Nerven und Muskeln unangegriffen. Verfasser schlägt für die neue Base den Namen Gerontin vor, da sie in den Lebern besonders von alten Hunden vorkommt. Die Krystalle in den Leberzellen sind wahrscheinlich das phosphorsaure Salz der Base, welches freilich bisher nur als körniger Niederschlag erhalten wurde; aber es liess sich feststellen, dass, je reicher eine Leber an Krystallen war; um so mehr Phosphate in ihr enthalten waren.

Foerster.

Analytische Chemie.

Trennung von Titan, Chrom, Aluminium, Eisen, Baryum und Phosphorsäure bei Gesteinsanalysen, von Thomas M. Chataud (*Americ. Chem. Journ.* 13, 106—110). Für Analysen von Magnesiumsilicatgesteinen, welche kleine Mengen der in der Ueberschrift genannten Bestandtheile enthielten, wurde folgendes Verfahren ausgearbeitet: Kieselsäure und die Basen wurden aus dem mit Natriumcarbonat geschmolzenen Antheile bestimmt und dabei die Hydrate von Titan, Chrom, Eisen und Aluminium sammt der Phosphorsäure gemeinsam gefällt gewogen und dann mit Natriumbisulfat geschmolzen.

Die Lösung der Schmelze diene zur volumetrischen Bestimmung des Eisens. Zur Trennung der genannten Oxyde und zur Bestimmung des Baryums werden 2 g des Minerals mit verdünnter Schwefelsäure und einem beträchtlichen Ueberschusse reiner Flusssäure unter häufigem Umrühren erwärmt, bis Schwefelsäuredämpfe zu entweichen beginnen. Man giebt einige Tropfen Salpetersäure hinzu zur Oxydation des Eisenoxyduls und nochmals etwas Flusssäure und erhitzt zur völligen Austreibung der Flusssäure, bis starke Dämpfe von Schwefelsäure entweichen. Nun versetzt man mit 25 cc verdünnter Salzsäure, rührt fleissig um und treibt auf dem Wasserbade den grössten Theil der Salzsäure fort. Man wäscht nun die Masse in ein Becherglas, verdünnt mit 250—300 ccm heissen Wassers, lässt einige Stunden stehen und filtrirt (Hauptlösung). Der Rückstand enthält Baryumsulfat und bisweilen kleine Mengen Chromit und andere Mineralien derselben Art. Man schmilzt dieselben in einem kleinem Tiegel mit Natriumcarbonat und laugt die Schmelze mit heissem Wasser. Der Rückstand wird auf dem Filter mit Salzsäure gelöst, die Lösung auf ein geringes Volumen eingedampft und der Baryt gefällt. Das Filtrat vom Baryumsulfate wird der Hauptlösung zugefügt. Mit derselben vereinigt man auch die Lauge von der Schmelze, nachdem man sie mit Salzsäure angesäuert und die Chromsäure reducirt hat. Die völlig klare Hauptlösung, welche Eisen und Chrom als Sesquioxyde enthält, wird mit Ammoniak alkalisch gemacht und der Niederschlag wieder mit Salzsäure gelöst. Nach Zusatz einiger Tropfen Essigsäure erhitzt man zum Kochen und fügt Ammoniak in leichtem Ueberschusse hinzu. Auf diese Weise trennt man die Oxyde von der Magnesia und anderen Salzen. Der Niederschlag wird auf dem Filter in verdünnter Salzsäure gelöst und das ausgewaschene Filter in einem grossen Platintiegel eingeäschert. In diesen Tiegel bringt man auch die auf ein geringes Volumen eingeeengte salzsaure Lösung, um dieselbe auf dem Wasserbade zu einem Teige einzudampfen. Man giebt dann gerade soviel Wasser hinzu, als die Salze löst, rührt in kleinen Portionen einen Ueberschuss von wasserfreiem Natriumcarbonat ein und schmilzt. Die Schmelze wird an den Wänden ausgebreitet, etwas abgekühlt, eine kleine Menge Natronsalpeter zugegeben und nochmals rasch geschmolzen, doch nicht länger als fünf Minuten flüssig erhalten. Durch Auskochen und Laugen erhält man ein titansäurehaltiges Pulver, welches frei von Chrom und Phosphorsäure ist. Dasselbe wird auf dem Filter mit verdünnter heisser Salzsäure gelöst, das eingeäscherte Filter mit Natriumbisulfat geschmolzen, in Wasser gelöst und der salzsauren Lösung zugegeben. Die Titansäure wird nach Gooch's Verfahren (*diese Berichte* XIX, Ref. 117) von Thonerde und Eisen getrennt. Nach der Zerstörung der Weinsäure durch Kaliumpermanganat und der Reduction des Ueberschusses des letzteren durch Schweflig-

säure versetzt der Verfasser die Lösung mit einem geringen Ueberschuss von Ammoniak, darauf mit Essigsäure und kocht unter Zusatz von Schwefligsäure. Der Titansäureniederschlag, welcher etwas Thonerde enthält, wird filtrirt und mit Wasser, welches Schwefligsäure und Essigsäure enthält, gewaschen. Auf diese Weise wird der Niederschlag frei von Mangan erhalten. Vor der schliesslichen Fällung der Titansäure soll man das gewöhnlich beigemengte Platin durch Schwefelwasserstoff fällen. — Die, Chromsäure und Phosphorsäure enthaltende, alkalische Lösung wird erhitzt und vorsichtig mit Ammoniumnitrat versetzt, bis keine weitere Fällung von Thonerde erfolgt. Die Ausscheidung von Thonerdephosphat ist vollständig, aber etwas Thonerde bleibt noch in Lösung. Man lässt den Niederschlag absetzen, decantirt die überstehende Flüssigkeit, wäscht den Niederschlag mit Ammoniumnitrat bis die gelbe Färbung verschwindet und löst ihn dann in verdünnter Salpetersäure, um die Phosphorsäure mit Molybdänlösung zu fällen. Die Fällung des Chroms aus dem angesäuerten Filtrate geschieht mit frisch bereitetem Schwefelammonium. Das Chromoxydhydrat wird nochmals mit verdünnter Salpetersäure gelöst und nach Baubigny's Verfahren (*diese Berichte* XVII, Ref. 216) von den letzten Spuren der Thonerde befreit. Dieses Verfahren giebt sehr gute Resultate, wenn die Menge der Thonerde gering und Eisenoxyd abwesend ist. Größere Mengen Thonerde können durch Natriumbicarbonatlösung kaum frei von Chromat gewaschen werden. Ist Eisen vorhanden, so wird der Niederschlag desselben stets etwas Chrom enthalten. Die Beleganalysen zeigen sehr gute Uebereinstimmung.

Schertel.

Apparat zur Bestimmung des Wassers bei Mineralanalysen, von Thomas M. Chataud (*Americ. Chem. Journ.* 3, 110—115). Um in Mineralien, welche das Wasser erst bei einer Temperatur frei geben, bei welcher Glas erweicht, das Wasser zu bestimmen, bedient sich Verfasser eines Apparates, welcher theilweise aus Platin gefertigt ist. Die nicht einfache Construction desselben kann ohne Abbildung nicht erläutert werden.

Schertel.

Nachweis des Coniins in einem Vergiftungsfalle, von Launcelot W. Andrews (*Americ. Chem. Journ.* 13, 123—128). Aus dem zur Untersuchung gegebenen Magen wurde nach Dragendorff's Vorschrift nach Alkaloïden gesucht und Coniin mit allen charakteristischen Eigenschaften erhalten. Die subcutane Einspritzung einer geringen Menge brachte bei einer Katze die Erscheinungen einer Coninvergiftung hervor. Aus einem anderen Theile des Magens wurde Coninchlorhydrat etwa 0,010 gr extrahirt und rein dargestellt zur Bestim-

mung des Atomgewichtes der Base. Dasselbe stimmte mit den Ergebnissen der qualitativen Prüfung überein. Aus den Speiseresten wurde ebenfalls Coniin in reichlicher Menge gewonnen. Schertel.

m-Phenylendiaminchlorhydrat als Reagens auf Wasserstoffhyperoxyd, von G. Denigés (*Bull. soc. chim.* [3] 5, 293). Lässt man in einer Röhre einen Tropfen einer 10 procentigen Lösung von m-Phenylendiaminchlorhydrat mit etwas Wasser und einem Tropfen Wasserstoffhyperoxyd einige Minuten sieden, so entwickelt sich eine sehr deutliche carminrote Färbung. Dieselbe wird verhüllt durch die Anwesenheit von Nitriten, welche das Reagens gelb färben. Um die Reaction von der Gegenwart der Nitrite unabhängig zu machen, versetzt man einige Tropfen Wasserstoffhyperoxyd mit etwa 2 Tropfen des Reagens und 1 ccm Ammoniak und erhitzt zum Sieden. Die anfangs farblose Mischung wird allmählich schön blau und um so tiefer, je mehr Wasserstoffhyperoxyd vorhanden war. Auf Zusatz einiger Tropfen concentrirter Kalilauge geht die blaue Farbe in roth über. Schertel.

Bestimmung des Glycerins durch eine alkalische Permanganatlösung, von Wm. Johnstone (*Chem. News* 63, 111.) Buttersäure, welche sechs Stunden lang mit verdünnter Schwefelsäure und Natriumbichromat gekocht worden war, ohne Angriff zu erleiden, wurde durch alkalische Lösung von Permanganat fast ganz (94 pCt.) zu Oxalsäure oxydirt. Sonach ist Allens Methode der Glycerinbestimmung in Oelen und Fetten nicht anwendbar, sobald dieselben Buttersäure enthalten. Schertel.

Reaction auf unterphosphorigsaure Salze, von F. H. Moerk (*Pharm. Journ. Trans.* 1891, 738). Die Reduction der Molybdänsäure zu der blauen Verbindung wird nicht nur durch unterphosphorige Säure (siehe E. J. Milhard *diese Berichte* XXII, Ref. 300), sondern auch durch andere reducirende Substanzen, namentlich durch Zinnchlorür bewirkt. Es ist deshalb zuverlässiger, statt Molybdänsäure ein wolframsaures Salz anzuwenden, welches noch die Gegenwart von 1 Gew.-Thl. unterphosphorigsaurem Calcium in 5000 Thln. Wasser durch tiefblaue Färbung anzeigt. Zur Mischung giebt man einen Krystall von Natriumsulfit, säuert dann mit Salpetersäure an, fügt ein gleiches Volum einer 1procent. Lösung von Natriumwolframat hinzu und erwärmt. Die Färbung entsteht langsam. Schertel.

Neues über die Analyse von Ferrochrom, Ferroaluminium, Ferrowolfram, Ferrosilicium und Ferrotitan, von A. Ziegler (*Dingl. Journ.* 279, 163—166). Zum Aufschliessen von Ferrochrom,

Ferroaluminium, Ferrowolfram und Ferrosilicium hat sich bei Anwendung von 0.5—1 g Substanz eine Mischung von 6 g Natriumhydrat und 3 g Natriumnitrat gut bewährt. Es genügt ein etwa halbstündiges Schmelzen im Silbertiegel mit der kleinen russenden Flamme des Bunsenbrenners, um eine vollkommene Aufschliessung zu bewirken. Beim Behandeln der Schmelze mit Wasser gehen Chrom, Aluminium, Wolfram, Silicium in Gestalt ihrer Natronverbindungen in Lösung. Eisen und Mangan bleiben als Oxyde zurück, die sich ihrerseits leicht in Lösung bringen lassen. Zur Analyse von Ferrotitan ist es geeigneter, das Aufschliessen mit NaHSO_4 vorzunehmen. Fällt man aus der mit schwefliger Säure reducirten Lösung der Schmelze in bekannter Weise die Titansäure und schmilzt diese aufs Neue mit NaHSO_4 , so ist die Trennung von Eisen und Titan eine vollständige.

Foerster.

Eine neue Art der analytischen Bestimmung von Aluminium in Ferroaluminium und Aluminiumstahl, von A. Ziegler (*Dingl. Journ.* 275, 526—528). Ferroaluminium kann durch Schmelzen mit NaHSO_4 (vergl. das vorhergehende Referat), Aluminiumstahl zweckmässig durch Salzsäure in Lösung gebracht werden. In dieser wird alles Eisen reducirt und alsdann mit Zinkoxyd die Thonerde gefällt. Der Niederschlag wird in Salzsäure gelöst, mit Ammoniak wieder gefällt und nach dem Glühen andauernd mit Soda geschmolzen. Aus der Lösung der Schmelze wird die Hauptmenge der Thonerde durch Kohlensäure niedergeschlagen und die letzten Mengen alsdann nach dem Ansäuern mit Salzsäure durch Ammoniak gefällt. Man löst wieder in Salzsäure, fällt mit Ammoniak, glüht und wägt.

Foerster.

Ueber ein allgemeines Verfahren zur Analyse des Branntweins und künstlichen Alkohols, von Ed. Mohler (*Compt. rend.* 112, 53—55). In der destillirten, auf 50 Alkoholometergrade gebrachten Flüssigkeit werden bestimmt 1) die Ester durch Kochen mit Kali und Zurücktitriren des Ueberschusses; 2) die Aldehyde durch Zusatz von Rosanilinbisulfit und darauf folgende Verdünnung, bis die eingetretene Färbung in der Intensität übereinstimmt mit der Färbung eines Musters von bekanntem Aldehydgehalt; 3) die höheren Alkohole, nachdem man die Aldehyde durch Destillation mit Anilinphosphat zurückgehalten hat, colorimetrisch durch ihre Färbung mit Schwefelsäure von 66°. Die stickstoffhaltigen Beimengungen werden mit Nessler's Reagens in Form von Ammoniak bestimmt, welches einerseits durch Behandlung mit Soda (aus Ammoniumsalzen und Amidn), andererseits durch Permanganat (aus den Pyridin- und arderen Basen) entsteht.

Gabriel.

Neue Methode zur Prüfung der Oliven- und Samenöle, welche auch zur Prüfung von natürlicher und künstlicher Butter dienen kann, von Raoul Brullé (*Compt. rend.* 112, 105—106). Werden 5 ccm alkoholischer Silberlösung (welche 25 g Silbernitrat in 1000 ccm 95° Alkohol enthält) mit circa 12 ccm reinem Olivenöl im Wasserbade erwärmt, so tritt nur eine zarte Grünfärbung ein, während bei unreinem Olivenöl und den Samenölen andere dunklere Färbungen auftreten. Unter denselben Bedingungen behält natürliche Butter ihre Farbe, während Margarinbutter ziegelroth wird. Die Methode gestattet noch 5 pCt. Verfälschungen in Olivenöl und Butter zu erkennen. (Vergl. *diese Berichte* XXII, Ref. 607, XXIV, Ref. 98.)

Gabriel.

Untersuchungen über das Türkischrothöl, von Scheurer-Kestner (*Compt. rend.* 112, 395—397). Die im Türkischrothöl enthaltene Ricinolschwefelsäure kann isolirt werden, wenn man nach Zusatz von Wasser die Fettsäuren mit Aether ausschüttelt und die Sulfonsäure aus der wässerigen Lösung mit einer Glaubersalzlösung von 10° B. niederschlägt. Das Mengenverhältniss zwischen Fettsäuren und Ricinolschwefelsäure wechselt und beträgt im löslichsten Oele 50—60:50—40 pCt. Die letztere hat annähernd die Formel $(C_{17}H_{32})_2 \cdot (CO_2H) \cdot CO_2 \cdot O \cdot SO_3H$; sie lässt sich nicht ohne Zersetzung entwässern; unterhalb 60° getrocknet zeigt sie die Formel $(C_{17}H_{32}CO_2H) \cdot CO_2 \cdot C_{17}H_{32} \cdot O \cdot SO_3H + 8H_2O$. Die Zusammensetzung des Oeles kann man durch Titration mit Ammoniak bestimmen, indem man nach einander Lakmus und Phenolphthaleïn als Indicatoren benutzt: ersteres bläut sich nämlich nach Absättigung der Ricinolschwefelsäure, während Phenolphthaleïn sich erst nach Absättigung der schwefelfreien Säuren färbt. (Vergl. *diese Ber.* XXIV, Ref. 188.)

Gabriel.

Eine neue Methode zur quantitativen Bestimmung des Nicotins, von Maximilian Popovici (*Zeitschr. f. physiol. Chem.* 13, 445—449). Die Extraction des Nicotins aus dem Tabak geschieht nach dem Kissling'schen Verfahren. Der ätherische Auszug wird alsdann in einem Kolben mit 10 ccm einer ziemlich concentrirten salpetersauren Phosphormolybdänsäurelösung geschüttelt. Nach dem Abgiessen der klaren ätherischen Schicht wird der Niederschlag mit Wasser übergossen und auf 50 ccm aufgefüllt. Durch Zusatz von 8 g feingepulvertem Baryumhydroxyd wird die Base in Freiheit gesetzt, indem das Gemisch mehrere Stunden unter öfterem Umschütteln stehen gelassen wird. Aus dem Drehungsvermögen des Filtrates wird die Menge des Nicotins mit Hülfe einer Tabelle berechnet, welche die Drehungswinkel in Minuten für bestimmte Mengen von Nicotin (innerhalb der Grenzen 2.0—1.250 g) an giebt. Die ätherischen Lösungen

von bekanntem Gehalt an Nicotin wurden in derselben Weise, wie die Aetherextracte der Tabake verarbeitet. Die neue Methode giebt im Vergleich mit der Kissling'schen Werthe, welche um 0.04 pCt. (Mittel aus 15 Analysen) höher liegen. Verfasser glaubt, dass bei Anwendung der Kissling'schen Methode während des Abdestillirens des Aethers ein wenig Nicotin verloren geht.

Krüger.

B e r i c h t i g u n g :

In dem Referat »Zur Indigosynthese aus Anilidoessigsäure von L. Lederer« muss es heissen: November 1889 statt 1890.

Bericht über Patente

von

Ulrich Sachse.

Berlin, 29. März 1891.

Halogene. L. Mond in London. Neuerung an Apparaten bezw. Gefässen zur Verdampfung von Chlorammonium. (D. P. 54211 vom 14. März 1889, Kl. 75.) Nach Versuchen des Erfinders widerstehen Verdampfgefässe aus Antimon oder aus Legirungen, in denen Antimon vorherrscht, der Einwirkung der Chlorammoniumdämpfe vorzüglich und lassen sich bedeutend billiger herstellen, als diejenigen aus Nickel oder Kobalt; dasselbe gilt von Gefässen, welche damit gefüttert sind. Der einzige Uebelstand, den das Antimon bezw. antimonreiche Legirungen bieten, liegt darin, dass es bei verhältnissmässig niedriger Temperatur bereits schmilzt. Dieser Uebelstand wird leicht dadurch umgangen, dass man die Verdampfung des Chlorammoniums durch allmähliges Einführen desselben in ein auf feurigem Wege geschmolzenes Zinkchloridbad bewirkt, am zweckmässigsten so, dass man das Verdampfgefäss so hoch, als es der von unten zugeführten Wärme direct ausgesetzt ist, mit Chlorzink füllt und seinen oberen Theil bis unter die Schmelztemperatur des Antimons abgekühlt hält, jedoch nicht so tief, dass die Chlorammoniumdämpfe sich wieder verdichten könnten. In dieser Weise wird jede locale Ueberhitzung und daraus folgende Schmelzung des Antimons verhütet. Die Patentschrift