

Analytische Chemie.

Ueber den Molybdängehalt des Scheelits und die Trennung der Wolframsäure von der Molybdänsäure, von H. Traube (*Sonderabd. aus dem neuen Jahrb. f. Mineral., Geol. u. Paläont., Beilage VII*). Es erscheint eigentümlich, dass man trotz der grossen Aehnlichkeit von Wolfram und Molybdän noch nicht auf ein gemeinsames Vorkommen dieser beiden Elemente in der Natur aufmerksam gewesen ist. Verfasser weist an Scheeliten von 12 verschiedenen Fundarten nach, dass dieselben sämtlich Molybdänsäure enthalten, manche freilich nur spurenweise, andere aber bis 8 pCt. Die reinsten Scheelite waren u. A. die von Schwarzenberg in Sachsen und vom Riesengrund bei Gr.-Aupa; doch zeigte sich auch, dass Mineralien gleicher Herkunft sehr verschieden zusammengesetzt waren. Aus dem beträchtlichen Gehalt mancher Scheelite an Molybdänsäure erklären sich manche beobachteten krystallographischen Abweichungen bei einzelnen Exemplaren dieses Minerals. Auf die diesbezüglichen mineralogischen Untersuchungen des Verfassers muss verwiesen werden. — Die Methode der Trennung von Wolfram- und Molybdänsäure, welche zur Anwendung kam, war die von H. Rose vorgeschlagene, bei welcher man aus der mit Weinsäure versetzten salzsauren Lösung der beiden Säuren Molybdän durch Schwefelwasserstoff ausfällt. Die Abscheidung desselben gelingt ganz leicht, wenn man die Flüssigkeit bis zum Kochen erhitzt, dann Schwefelwasserstoff einleitet, bis sie danach riecht, und dann wieder erwärmt; das Schwefelmolybdän ballt sich dann in schweren Flocken zusammen, und die über dem Niederschlage stehende Flüssigkeit ist niemals blau gefärbt, sondern stets vollkommen farblos, wenn anders das Einleiten von Schwefelwasserstoff nicht zu lange gedauert hat; $\frac{1}{2}$ Stunde genügt gewöhnlich. Die vom Schwefelmolybdän abfiltrirte Lösung wird zur Trockne verdampft und die Weinsäure mit rauchender Salpetersäure zerstört. Die beschriebene Trennung der Molybdänsäure von der Wolframsäure ist keine ganz vollständige, da stets kleine Mengen von jener bei der Wolframsäure bleiben; man muss daher die Trennung mindestens einmal wiederholen. Eine Prüfung der Methode mit gewogenen Mengen der beiden Säuren erwies sich als schwer ausführbar, da die reinere Wolframsäure des Handels gelegentlich fast 10 pCt. Molybdänsäure enthält. Es scheint, da eine solche Wolframsäure aus Wolframit hergestellt war, dass auch dieser Molybdänsäure enthalten kann. Weitere Untersuchungen hierüber sind in Aussicht genommen. Foerster.

Ueber die quantitative Bestimmung von Arsen nach dem Berzelius-Marsh'schen Verfahren, von R. Sanger, (*Sonderabd. aus Proc. of the Amer. Acad. of Arts and Sciences. Vol. XXVI*)

Kleine Mengen von Arsen (0.005 — 0.06 mg) bestimmte Verfasser dadurch, dass er die nach dem Berzelius-Marsh'schen Verfahren erhaltenen Arsenspiegel mit solchen verglich, welche er durch Eintragen bekannter, sehr kleiner Mengen von Arsen in den Marsh'schen Apparat dargestellt hatte. Die Arbeit enthält im Uebrigen mehr eine kritische Darlegung der für die geeignete Ausführung des Marsh'schen Verfahrens von den verschiedensten Seiten angerathenen Vorsichtsmassregeln, als dass sie wesentlich neue Vorschläge brächte.

Foerster.

Die quantitative Bestimmung des Carbonylsauerstoffes der Aldehyde und Ketone, von H. Strache (*Monatsh. f. Chem.* 12, 522—532) beruht darauf, dass Phenylhydrazin und seine Salze durch Behandlung mit überschüssiger heisser Fehling'scher Lösung den gesammten Stickstoff gasförmig entweichen lassen, während die Hydrzone der Aldehyde und Ketone mit demselben Agens keinen Stickstoff entwickeln. Man bringt deshalb die zu untersuchende Substanz (0.1—0.5 g) mit einer genaugewogenen, überschüssigen Menge Phenylhydrazinchlorhydrat und Natriumacetat zusammen, erwärmt die Lösung einige Minuten lang auf 100° und zersetzt alsdann einen aliquoten Theil der Lösung mit überschüssiger Fehling'scher Lösung in einem graduirten Apparate (s. Zeichnung im Original), der das Volumen des entwickelten Stickstoffs abzulesen gestattet: daraus berechnet sich die Menge des unverbrauchten Hydrazins. Die Differenz zwischen der angewandten und unverbrauchten Menge Hydrazin ist gleich dem Betrage, welcher zur Hydrazonbildung ($\text{CO} + \text{NH}_2\text{NHC}_6\text{H}_5 = \text{C:N} \cdot \text{NHC}_6\text{H}_5 + \text{H}_2\text{O}$) gedient hat und kann also zur Berechnung des Carbonylsauerstoffes benutzt werden. Die Resultate sind annähernd genau und zwar in mehreren Fällen etwas zu hoch.

Gabriel.

Fettbestimmungen in Milchproducten nehmen Lezé und Allard (*Compt. rend.* 113, 654—656) nach einem bereits früher (*diese Berichte* XXIII, Ref. 363) für die Milchuntersuchung angegebenen Verfahren vor. Die dort empfohlene Neutralisation der Salzsäure, welche zur Abscheidung des Fettes gedient hat, kann unterbleiben.

Gabriel.