

Analytische Chemie.

Die Bestimmung des Kaliums als Perchlorat, von W. Wense (*Zeitschr. f. angew. Chem.* 1891, 691—693). Bei der Bestimmung des Kalis als Perchlorat bedingt die Löslichkeit des Salzes im Alkohol, welcher als Waschflüssigkeit dient, Verlust; der Verfasser findet, dass diese Löslichkeit durch Anwesenheit freier Perchlorsäure oder deren Salze wesentlich vermindert wird und fügt dem Alkohol daher 0.2 pCt. Perchlorsäure zu. Der Gang der Analyse ist eingehend beschrieben.

Mylius.

Zur Bestimmung des Kaliums als Perchlorat, von W. Wense (*Zeitschr. f. angew. Chem.* 1891, 233—234). Nach mehrmonatlicher Erfahrung zieht der Verfasser die empfohlene Perchlorat-Methode der Fällung des Kalis mit Platinchlorid vor. Vergl. das vorhergehende Referat.

Mylius.

Ueber die Bestimmung der salpetrigen Säure im Natriumnitrit, von G. Lunge (*Zeitschr. f. angew. Chem.* 1891, 629—634). Der Verfasser hat unter Beihülfe von H. Landolt eine Vergleichung hinsichtlich der Genauigkeit der zur Bestimmung der salpetrigen Säure dienenden Methoden durchgeführt, wobei insbesondere die Chamäleonmethode der in Fabriken gebräuchlichen Diazotirungsmethode an die Seite gestellt wurde. Bei der letzteren lässt man zu einer stark salzsauren Lösung von sulfanilsaurem Natron bestimmten Gehalts so viel der verdünnten Lösung des Nitrites fließen, dass bei der Tüpfelprobe Jodkaliumstärkepapier soeben gebläut wird. 231 g sulfanilsaures Natron werden dabei durch 69 g salpetrigsaures Natron in Diazobenzolsulfosäure übergeführt. »Vollkommen genaue Ergebnisse erhält man sowohl durch die Methode von Lunge (*diese Berichte* X, 1074), welche zugleich am schnellsten von allen auszuführen ist, als durch diejenige von Kinnicut (*diese Berichte* XVI, 3074), welche mehr Zeit und zwei Normalflüssigkeiten erfordert. Die Methode von Feldhaus-Boeckmann giebt entschieden zu niedrige und dabei unter einander keineswegs gut stimmende Zahlen; auch erfordert sie viel mehr Zeit. Die Sulfanilsäuremethode (und in noch höherem Grade die Anilimethode) ist unbedingt falsch und sollte ganz verlassen werden.« Der Verfasser bemerkt ferner, dass die von ihm ausgebildete nitrometrische Methode zur Bestimmung des Stickstoffs im Salpeter hinsichtlich der Genauigkeit der neuerdings von Ulsch vorgeschlagenen (*diese Berichte* XXIV, Ref. 585) vorzuziehen ist.

Mylius.

Ueber die Bestimmung der salpetrigen Säure im Natriumnitrit, von O. Reitmair und A. Stutzer (*Zeitschr. f. angew. Chem.* 1891, 666—667). Nach des Verfassers Versuchen ergibt die

Titration mit Permanganat nach Lunge's Methode (Einfließenlassen der Nitritlösung in die auf 30—40° erwärmte, mit Schwefelsäure angesäuerte Chamäleonlösung) genaue Resultate; selbst bedeutende Aenderungen in der Concentration der Nitritlösungen sind auf die Art der Zersetzung kaum von Einfluss, ebensowenig eine Steigerung der Temperatur bis 66°, während das Titriren unter 30° Fehler bewirkt. Vergl. das vorstehende Referat.

Mylius.

Zur Bestimmung des Nitratstickstoffs, von K. Ulsch (*Zeitschr. f. angew. Chem.* 1891, 719—721). Es wird auseinandergesetzt, dass man mit der Methode des Verfassers wesentlich genauere Resultate erhalten kann, als Lunge angenommen hat. Vergl. das vorhergehende Referat über die Abhandlung von Lunge.

Mylius.

Zur Untersuchung von Gemengen von unverseifbarem und verseifbarem Fett, von M. Hönig und G. Spitz (*Zeitschr. f. angewandte Chem.* 1891, 565—568). Von den Methoden zur Trennung von verseifbarem und unverseifbarem Fett hat es sich am besten bewährt, die mit Hülfe von alkoholischer Kalilauge bewirkte Lösung der Substanz durch Petroleumäther zu extrahiren; dies geschieht entweder durch Schütteln im Scheidetrichter oder durch Digestion in einem besonderen, durch Zeichnung erläuterten Extractionsapparat. Die Petroleumätherschicht wird noch mit etwas 50procentigem Alkohol gewaschen, um kleine Mengen darin vorhandener Seife zu entfernen und dann bis zum Verschwinden der Gasblasen eingedampft; dabei hinterbleibt das »unverseifbare Fett«. Zu ungefähren Bestimmungen schüttelt man 100 ccm der alkalischen Fettlösung (2—3 g Fett enthaltend) mit 30 ccm Petroleumäther aus und verdunstet 20 ccm der leichteren Schicht. Die mit 1.5 multiplicirte Menge des Rückstandes entspricht der wirklich vorhandenen Menge des indifferenten Oeala mit einem Fehler bis ± 1 pCt. des angewandten Fettes.

Mylius.

Die quantitative Bestimmung des Stickstoffs im Natriumsalpeter, von Alberti und Hempel (*Zeitschr. f. angewandte Chem.* 1892, 101—104). Im Jahre 1890 sind nach Europa 952 Millionen Kilogramm Chilisalpeter importirt worden. Für einen so bedeutenden Handelsartikel sind einheitliche Werthbestimmungen anzustreben. Bei einer sorgfältigen vergleichenden Prüfung der gebräuchlichen Methoden zur Bestimmung des Stickstoffs (des Natriumnitrats) im Salpeter findet der Verfasser, dass die drei Methoden mit Lunge's Nitrometer, nach Schloesing-Grandeau-Wagner und nach Ulsch gleich genaue Resultate ergeben; die Differenzmethode, bei welcher nur der Gehalt an Wasser, des in Wasser unlöslichen Rückstandes, des Natriumsulfats und -Chlorids bestimmt, und der Rest als Natriumnitrat angesehen wird, giebt immer zu hohe Resultate und ist daher zu verwerfen.

Mylius.

Qualitative Trennung der Barytgruppe, von A. Grittner (*Zeitschr. f. angew. Chem.* 1892, 73—74). Nach den Untersuchungen des Verfassers eignet sich die Reaction mit chromsaurem Kali bei Weitem am besten für den qualitativen Nachweis des Baryts bei Gegenwart von Strontium oder Kalk. Vergl. Lüdeking, *diese Berichte XXIV*, Ref. 48, sowie Fresenius, *diese Berichte XXIV*, Ref. 476.

Mylius.

Neue Methoden der quantitativen Analyse IV, von Anton Baumann (*Zeitschr. f. angew. Chem.* 1892, 113). Ueber die mit J. Quincke ausgeführte Arbeit ist schon *diese Berichte XXV*, 287 Ref. referirt worden.

Mylius.

Zur gasvolumetrischen Jod- und Säurebestimmung von A. Baumann (*Zeitschr. f. angew. Chem.* 1892, 70—72). Es wird näher ausgeführt, wie man bei der gasvolumetrischen Bestimmung von Jod durch Wasserstoffsperoxyd zu verfahren hat. (Vergl. *diese Berichte XXIV*, Ref. 789.)

Mylius.

Zur gasvolumetrischen Analyse, von L. Marchlewski (*Zeitschrift f. angew. Chem.* 1891, 640—641). Kritische Bemerkungen zu den von A. Baumann empfohlenen Reactionen mit Wasserstoffsperoxyd. (Vergl. *diese Berichte XXIV*, Ref. 791, 792 und 795).

Mylius.

Saures weinsaures Kalium als Urtitersubstanz für die Acidimetrie und Alkalimetrie von Arthur Bornträger (*Zeitschr. f. analyt. Chem.* 31, 43—57). Das Kaliumbitartrat eignet sich ebensowohl zur Controle von Normalsäuren als zu derjenigen von Normallaugen, da es, in genügend reinem Zustande leicht herstellbar, nach der Calcination einen der ursprünglichen Säuremenge äquivalenten Betrag an Alkali ergibt; der Verfasser legt einigen Werth darauf, das Salz in diesem Sinne zuerst in Vorschlag gebracht zu haben, nachdem es 1881 von H. Bornträger zur Titerstellung alkalischer Lösungen empfohlen worden war.

Mylius.

Ueber eine Methode zur alkalimetrischen Bestimmung von Phenol, von R. Bader (*Zeitschr. f. analyt. Chem.* 31, 58—60). Phenol lässt sich in wässriger Lösung durch Titration mit Natronlauge bestimmen, indem man eine alkoholische Lösung von Trinitrobenzol (Schmp. 122°) als Indicator benutzt. Bei einem Ueberschuss von Alkali tritt eine blutrothe Färbung auf; die Beleganalysen sind befriedigend.

Mylius.

Ueber die Veränderung der specifischen Gewichte von Salpetersäure durch einen Gehalt an Untersalpetersäure, von G. Lunge und L. Marchlewski (*Zeitschr. f. angew. Chem.* 1892, 10—12). Enthält die Salpetersäure niedrigere Stickstoffoxyde, so ist das specifische Gewicht höher als das der reinen Salpetersäure. Die Ta-

bellens, welche zur Ermittlung der Concentration aus dem specifischen Gewichte dienen, lassen sich daher für die technische Säure nicht benutzen. (Vergl. *diese Berichte* XXIV, Ref. 793). Hirsch hatte angegeben, dass 1 pCt. salpetrige Säure einer Zunahme im Volumgewicht der Salpetersäure von 0.01 entspricht; die Verfasser weisen nach, dass die Anwendung eines derartigen Factors unzulässig ist; sie haben die specifischen Gewichte von Salpetersäuren verschiedener Concentration bestimmt, nachdem derselben verschieden grosse Mengen von Untersalpetersäure zugesetzt worden waren; die Analysen hatten eine Genauigkeit von ± 0.1 pCt. HNO_3 . Für eine Salpetersäure von 1.4960 ($15/4^0$) werden die Aenderungen der specifischen Gewichte in einer Tabelle zusammengestellt, welche bei einem Gehalt bis zu 12 pCt. N_2O_4 in Zwischenräumen von je 0.25 pCt. bestimmt worden sind; diese Erhöhung des spec. Gewichts beträgt bei einem Gehalt von 12 pCt. N_2O_4 schon 8 Einheiten der zweiten Decimale. Es sind dadurch die Werthe gewonnen worden, welche man, nach einfacher Bestimmung der Untersalpetersäure (mittels Chamäleons) in der stärksten käuflichen Säure, in Abzug zu bringen hat, um dann mittelst der von Lunge und Rey aufgestellten Tabelle den wahren Gehalt an Salpetersäure zu finden. Mylius.

Gewichtsanalytische Bestimmung der Schwefelsäure, von M. Weinig (*Zeitschr. f. angew. Chem.* 1892, 204—205). Es ist zweckmässig gefunden worden, die Urprüfung von titrirter Schwefelsäure so vorzunehmen, dass man sie mit einem Ueberschusse freien Ammoniaks eindampft und das entstandene Ammoniumsulfat nach dem Trocknen bei $115-120^0$ wägt; die Lösung darf natürlich keinen Glührückstand hinterlassen. Mylius.

Zur gasvolumetrischen Bestimmung des Jods, von L. Marchlewski (*Zeitschr. f. angew. Chem.* 1892, 205—206). Nunmehr findet der Verfasser, dass die gasvolumetrische Bestimmung des Jods mit Wasserstoffsperoxyd richtige Werthe giebt, wenn man die von A. Baumann zuletzt mitgetheilten Vorsichtsmaassregeln befolgt. (Vergl. die früheren Referate über diesen Gegenstand.) Mylius.

Quantitative Analyse durch Elektrolyse, von Fr. Rüdorff (*Zeitschr. f. angew. Chem.* 1892, 3—7 und 197—200). In sehr dankenswerther Weise hat der Verfasser die vielen Vorschläge zur electrolytischen Abscheidung der Metalle aus Lösungen behufs ihrer Bestimmung einer experimentellen Kritik unterworfen und diejenigen Verfahren ermittelt, welche ihm die brauchbarsten Ergebnisse geliefert haben. Hierbei war der Gesichtspunkt maassgebend, dass die Analyse in Laboratorien geschehen kann, welche nicht über allzu reiche Mittel verfügen. Als Stromquelle werden die Meidinger'schen

Elemente zweckmässig und ausreichend gefunden; die angewandten Stromstärken werden nur nach der Zahl der angewandten Elemente (nicht nach Ampère) bezeichnet. In den beiden vorliegenden Mittheilungen ist weniger von Trennungen verschiedener Metalle, als von der möglichst vollständigen Abscheidung einzelner Metalle die Rede, wobei besonders betont ist, dass die Abscheidung niemals länger als eine Nacht in Anspruch nimmt. Da die von Rüdorff empfohlenen Vorschriften in einem kurzen Referate nicht wiedergegeben werden können, möge nur noch bemerkt werden, dass bis jetzt die elektrolytische Bestimmung folgender Metalle gelungen ist: Kupfer, Quecksilber, Silber, Nickel, Cobalt, Kadmium, Mangan, Zink, Eisen, Blei, Zinn, Wismuth, Antimon. Der Verfasser bittet, seine Vorschriften in der Praxis zu prüfen.

Mylius.

Zur volumetrischen Zinkbestimmung nach Schaffner, von E. Prost und V. Hassreidter (*Zeitschr. f. angew. Chem.* 1892, 166—171). Nach einer sehr in's Einzelne gehenden Prüfung der Methode wird dieselbe, falls einigen nothwendigen Vorsichtsmaassregeln Rechnung getragen wird, als Normalmethode für die Zinkindustrie empfohlen.

Mylius.

Bestimmung des Schwefels in Steinkohlen, von A. Grittner (*Zeitschr. f. angew. Chem.* 1892, 170—171). Kritische Besprechung der in der Technik gebräuchlichen Methoden.

Mylius.

Maassanalytische Bestimmung der Schwefelsäure in verschiedenen Salzen, von E. Stolle (*Zeitschr. f. angew. Chem.* 1892, 234—235). Es wird zur Bestimmung der Schwefelsäure in Sulfaten empfohlen, die Lösung derselben mit einem Ueberschuss von salzsaurer Baryumchromatlösung und sodann mit Ammoniak zu versetzen; das Baryum wird theils als Sulfat, theils als Chromat gefällt. Die im Filtrat bleibende Chromsäure, welche der vorhandenen Schwefelsäure entspricht, wird mit titrirter Eisenoxydullösung bestimmt.

Mylius.

Eine neue directe Trennung von Chlor, Brom und Jod, von P. Jannasch und K. Aschoff (*Zeitschr. f. anorgan. Chem.* I, 144 bis 149). Vor zwei Jahren hat Gooch (*diese Berichte* XXIII, Ref. 436, 703, 704, 777) eine neue indirecte Trennungsmethode des Jods von Brom und Chlor angegeben, welche darin besteht, dass durch Zusatz von Natriumnitrit zur schwefelsauren Lösung der Salze das Jod in Freiheit gesetzt wird; man verjagt das Jod durch Erwärmen und fällt die Lösung mit Silbernitrat. Andererseits wird die gleiche Menge der Lösung vor der Entfernung des Jods mit Silberlösung gefällt. Die Differenz beider Niederschläge entspricht dem Jodsilber. Die Verfasser knüpfen an diese Versuche an, bestimmen aber das

Jod direct, indem sie es mit Hülfe von Wasserdampf in eine alkalische Lösung von Wasserstoffsuperoxyd übertreiben; es wird so in der Form von Jodid erhalten und kann im Destillat mit Silbernitrat gefällt werden. Zur Scheidung des Broms vom Chlor wird die Eigenschaft der Bromide benützt, in einer mit Essigsäure versetzten Lösung durch Kaliumpermanganat unter Abscheidung gasförmigen Broms zersetzt zu werden, während die Chloride dabei intact bleiben. Das Brom wurde unter Anwendung von Wasserdampf in Natronlauge aufgefangen und mit Hülfe einer stark salpetersauren Silbernitratlösung gefällt. Das Chlor fällt man in der rückständigen Lösung, nachdem man das überschüssige Permanganat reducirt und die abgeschiedenen Manganoxyde abfiltrirt hat. Bei den Beleganalysen fiel die Bestimmung des Broms etwas zu niedrig aus, was auf die Bildung organischer nicht zerlegbarer Bromide zurückgeführt wird. Mylius.

Ueber die quantitative Trennung von Jod auf dem Wege directer Fällung durch Thalliumsulfatlösung, von P. Jannasch und K. Aschoff (*Zeitschr. f. anorgan. Chem.* I, 248—250). Anknüpfend an frühere Untersuchungen wird von den Verfassern die Trennung des Jods vom Chlor mit Hülfe von Thalliumsulfat empfohlen; dieselbe beruht darauf, dass das Thalliumjodür in kaltem alkoholischen Wasser auch bei Gegenwart von Ammoniumsalzen ganz unlöslich ist, während das Thalliumchlorür dabei in Lösung gehalten wird. Das gelbe Thalliumjodür lässt man 12 Stunden lang sich absetzen, filtrirt und wäscht es mit alkoholischer Ammoniumsulfatlösung, zuletzt mit verdünntem Alkohol; der Niederschlag wird auf dem Filter bei 100° getrocknet und gewogen; das Filtrat wird durch Erwärmen vom Alkohol befreit, mit Wasser verdünnt, mit Salpetersäure angesäuert und mit Silbernitrat gefällt. Die Trennung vom Brom und Chlor ist auf ähnliche Weise nicht gelungen. Mylius.

Ueber eine neue Methode der Titration von Eisenoxydsalzen, von Hermann Morahat (*Zeitschr. f. anorgan. Chem.* I, 211—216). Die Methode gründet sich auf die Fällbarkeit des Eisenoxyds durch Ferrocyankalium als Berlinerblau. Als Indicator dient Rhodankalium. Die Titration wird in Stöpselflaschen ausgeführt, welche die Eisenoxydlösung und ausserdem eine Schicht Aether enthalten. Auf Zusatz einiger Tropfen Rhodankaliumlösung wird beim Umschütteln der Aether roth gefärbt; man lässt nun nach und nach so viel der titrirten Blutlaugensalzlösung zuffliessen, bis nach dem Umschütteln die ätherische Schicht gerade farblos geworden ist; dann ist auch das Eisen aus dem Eisenrhodanid in Berlinerblau übergeführt worden. Die Ferrocyankaliumlösung wird auf metallisches Eisen gestellt, welches man in Salzsäure löst und mit Hülfe von Kaliumchlorat in Eisenchlorid überführt. Die mitgetheilten Analysen sprechen für die Zweckmässigkeit des Verfahrens. Mylius.

Zur directen quantitativen Trennung von Chlor, Brom und Jod. Nachträgliche Mittheilung von P. Jannasch und K. Aschoff (*Zeitschr. f. anorgan. Chem.* I, 245—247). Die Verfasser finden, dass der Verlust an Brom, welchen ihre früheren Bestimmungen ergeben haben, von der Anwendung einer unreinen Essigsäure herrührte; bei Anwendung reiner Säure ist den jetzt mitgetheilten Analysen zufolge die Brombestimmung genau, besonders wenn man einen kräftigen Dampfstrom zur Austreibung des Broms anwendet. (Vergl. das frühere Referat über diesen Gegenstand.)

Mylius.

Ueber den Einfluss, welchen die Gegenwart von Bleiessig auf das Ergebniss der Titrirung des Milchzuckers nach Fehling-Soxhlet ausübt, von Arthur Borotraeger (*Zeitschr. f. angewandte Chem.* 1892, 293—294). Bei Gegenwart von Bleiessig erfordert ein bestimmtes Volumen der Fehling'schen Lösung mehr Milchzucker zur völligen Reduction als bei Abwesenheit des Bleisalzes. Solche milchzuckerhaltigen Flüssigkeiten, welche einen Zusatz von Bleiessig erfahren haben, müssen daher vor der analytischen Bestimmung durch Kupferlösung vom Blei befreit werden; hierzu eignet sich am besten die Fällung mit Natriumsulfat.

Mylius.

Zur Stickstoffbestimmung in Nitrocellulose, von G. Lunge (*Zeitschr. f. angew. Chem.* 1892, 261—262). Zur Stickstoffbestimmung in Sprengmitteln wird wiederholt der Gebrauch des Nitrometers empfohlen, dessen verschiedene Abänderungen vom Verfasser früher besprochen worden sind. Das Messrohr ist am zweckmässigsten in der Mitte mit einer Kugel von etwa 70 cm Inhalt versehen; oberhalb und unterhalb derselben ist dasselbe graduirt, sodass man einerseits kleine Volumina bis zu 30 ccm, andererseits grosse Volumina von 100 bis 130 ccm darin ablesen kann.

Mylius.

Zur Bestimmung des Chlors im Wein, von W. Seifert (*Zeitschrift f. analyt. Chem.* 31, 186). Der Wein wird mit Sodalösung eingedampft, der Rückstand verascht und das Chlor in der üblichen Weise nach Volhard bestimmt.

Mylius.

Ueber quantitative Bestimmung der Harnsäure, von H. Chr. Geelmuyden (*Zeitschr. f. analyt. Chem.* 31, 158—180). Der Verfasser hat sehr ausführliche Versuche zur Bestimmung der Harnsäure mit Chlorbaryum angestellt, ohne bisher einen praktischen Erfolg damit zu erzielen. Die Fällung der Harnsäure aus dem Harn ist einerseits unvollständig, andererseits werden durch Chlorbaryum auch fremde stickstoffhaltige Körper ausgefällt.

Mylius.

Bestimmung von Senföl, von A. Schlicht (*Zeitschr. f. analyt. Chem.* 30, 661—665). Vergleichende Versuche über die Methoden zur Bestimmung des Schwefels im Senföl ergaben, dass die Methode, die

auf Ueberführung des Senföles mit alkoh. Ammoniak in Thiosinamin und der Zersetzung desselben durch Quecksilberoxyd beruht, 3—7 Procent Verlust an Schwefel ergibt. Viel bessere Resultate ergibt die Oxydation des Senföles mit alkalischer Permanganatlösung, welche schon von Dircks vorgeschlagen wurde. Dieser verdampft die Mischung zuletzt mit Salzsäure zur Zerstörung der Mangansuperoxyde und fällt in der Lösung des Rückstandes die Schwefelsäure mit Chlorbaryum; infolge der anwesenden Salzmengen werden hier immer etwas zu niedrige Werthe erhalten. Der Verfasser nimmt die Oxydation des Senföles mit alkalischer Permanganatlösung durch Schütteln in geschlossenen Flaschen vor, zerstört das überschüssige Permanganat mit Alkohol und filtrirt. Hierbei soll durch den entstehenden Aldehyd etwas Alkalisulfat reducirt werden; man fügt daher zur Flüssigkeit ein wenig Jodlösung und erhält nun durch Fällen der Schwefelsäure mit Chlorbaryum richtige Werthe.

Mylius.

Analysen deutscher Naturweine, von P. Kulisch (*Zeitschr. f. angew. Chem.* 1892, 238—241). Zusammenstellung der Analysen von 20 verschiedenen Sorten Wein mit besonderer Berücksichtigung der Traubensorten, aus denen sie gewonnen wurden.

Mylius.

Notizen über die verschiedene Löslichkeit der Chromate von Strontian und Kalk in verdünntem Weingeist und über die Möglichkeit der Trennung dieser beiden alkalischen Erden als chromsaure Salze, von W. Fresenius und F. Ruppert (*Zeitschrift f. analyt. Chem.* 30, 672—680.) 50 ccm von 53 volumprocentigem Alkohol lösen 0.044 g chromsauren Kalk, aber nur 0.001 g chromsauren Strontian. 50 ccm von 29 procentigem Alkohol lösen 0.608 g chromsauren Kalk, aber nur 0.0066 chromeauren Strontian. Die Verfasser haben versucht, die Unterschiede in der Löslichkeit der beiderseitigen Chromate in verdünntem Alkohol für die Trennung der Metalle zu verwerthen. Nach zahlreichen Versuchen kommen sie zu dem Schluss, dass sich auf die gefundenen Unterschiede ein bei nicht zu geringen Strontianmengen brauchbare qualitative Unterscheidungs-methode basiren lässt, während sie zur quantitativen Trennung ohne Weiteres nicht genügen. Bei der praktischen Anwendung in der qualitativen Analyse empfiehlt es sich, die beiden Körper aus barytfreier Lösung mit kohlensaurem Ammon zu fällen, in Salzsäure zu lösen, den Ueberschuss der Säure zu verjagen, die ziemlich verdünnte wässrige Lösung der Chloride mit chromsaurem Kali auf 70° zu erwärmen und mit $\frac{1}{3}$ des Volumens Alkohol zu versetzen.

Mylius.

Zur Kenntniss der Kartoffelzuckerhaltigen Weine, von W. Fresenius (*Zeitschr. f. analyt. Chem.* 30, 669—672). Gelegentlich der Untersuchung von Weinen findet der Verfasser in Uebereinstimmung mit Medicus und Immerheiser: 1) Die sogenannten unver-

gährbaren Bestandtheile des käuflichen Kartoffelzuckers sind durch Presshefe völlig vergährbar, während sie gegen Bierhefe widerstandsfähig sind; 2) diese unvergährbaren Stoffe können durch die Einwirkung des Kahnpilzes zerstört werden und somit aus dem Weine verschwinden.

Mylius.

Ueber die Gehaltsbestimmung des Ferrum pulveratum, Ferrum reductum und Ferrum carbonicum saccharatum nach dem Arzneibuch für das deutsche Reich, von Karl Seubert (*Arch. d. Pharm.* 280, 142—158). Das Ergebniss der Untersuchung wird dahin zusammengefasst, dass die Vorschriften des Arzneibuches zur jodometrischen Gehaltsbestimmung von Ferrum pulveratum, Ferrum reductum und Ferrum carbonicum saccharatum unbrauchbar sind. Brauchbare Resultate werden erhalten, wenn statt 1 g Kaliumjodid durchweg 3 g zugefügt werden; bei Ferrum pulveratum ist ausserdem noch die Zugabe von 10 ccm verdünnter Schwefelsäure zu der abgemessenen Probe von 10 ccm der Lösung zu empfehlen. Statt halbstündiger Erhitzung auf nahezu 40° erscheint eine einstündige Digestion bei gewöhnlicher Temperatur zweckmässig. Auf 1 g Ferrum reductum sind mindestens 5 g Quecksilberchlorid anzuwenden.

Freund.

Nachtrag zur modificirten Volhard'schen Manganprobe, von H. Rubricius (*Chem. Ztg.* XVI, 459). Verfasser glaubt durch eine Reihe von Versuchen die vollkommene Verwendbarkeit des Verfahrens für die Praxis dargelegt zu haben.

Freund.

Ueber das Verhalten von Eisenjodür zu Stärke und Filtrirpapier, von Th. Salzer (*Chem. Ztg.* XVI, 421). Wird eine frisch bereitete, concentrirte Eisenjodürlösung mit Filtrirpapier zusammengebracht, so entsteht eine Rothfärbung. Verfasser glaubt, dass das Salz vielleicht lösend auf kleine Mengen in Papier vorhandener Stärke eingewirkt habe und hierdurch die Rothfärbung bedingt sei.

Freund.

Zur Anwendung des Nitroso- β -Naphtols in der quantitativen Analyse, von M. Schleier (*Chem. Ztg.* XVI, 420). Versetzt man eine essigsäure Lösung von Berylliumsulfat mit einer Lösung von Nitroso- β -naphtol, so entseht auch nach längerer Zeit kein Niederschlag, während das Eisen aus seinen Lösungen quantitativ ausgefällt wird. Zur Trennung von Eisenoxyd und Berylliumoxyd verfährt man daher nach folgender Vorschrift: Die Lösung, welche die beiden Oxyde in Form der Sulfate oder Chloride enthält, versetzt man mit Ammoniak, bis ein Niederschlag entsteht, und fügt dann tropfenweise so viel Salzsäure hinzu, bis sich derselbe wieder gelöst hat. Darauf setzt man zur kalten Flüssigkeit 50 procentige Essigsäure. Nach längerem Stehen wird der Eisenniederschlag abfiltrirt und in bekannter Weise weiterbehandelt, während im Filtrat das Beryllium bestimmt wird.

Freund.

Ueber die gleichzeitige Fällung von Kupfer und Antimon durch den galvanischen Strom, von W. Hampe (*Chem. Ztg.* XVI, 417). Alle Handelsmarken von elektrolytischem Kupfer enthalten von 0.007—0.2 pCt. Antimon, wodurch es bewiesen wird, dass bei der technischen Herstellung von Kupfer durch Elektrolyse stets eine Mitfällung geringer Mengen von Antimon stattfindet. Verfasser weist darauf hin, dass auch bei der in den Laboratorien üblichen Bestimmung des Kupfers durch Elektrolyse seiner schwefelsauren Lösung, welche mit Salpetersäure versetzt ist, etwas Antimon niedergeschlagen wird.

Freund.

Ueber das Vorhandensein des Invertins in Wein und Bier, von Ed. Donath (*Chem. Ztg.* XVI, 459). Um den directen Nachweis zu erbringen, dass unter den stickstoffhaltigen Bestandtheilen des Weines und Bieres auch das Invertin, das ungeformte Ferment der Hefe, enthalten sei, wurde 1 l Weisswein bei einer 35° nicht übersteigenden Temperatur bis auf $\frac{1}{4}$ l eingedunstet und nach dem Erkalten mit Aether ausgeschüttelt. Nach der Trennung der Flüssigkeiten fand sich im Aether eine zähe, froschlechartige, farblose Gallerte. Man liess diese Aethergallerte in Weingeist eintropfen, filtrirte den entstehenden Niederschlag ab und reinigte ihn durch Lösen in Wasser und Ausfällen mit Alkohol. Das erhaltene Präparat gab in wässriger Lösung weder mit Fehling'scher noch mit Soldaini'scher Flüssigkeit eine Ausscheidung von Kupferoxydul, vermag jedoch Rohrzucker zu invertiren, so dass der Invertingehalt des untersuchten Weines festgestellt ist. Ebenso wies der Verfasser das Vorhandensein von Invertin im Bier nach, so dass derselbe zu dem Schluss gelangt, dasselbe sei constant in allen gegohrenen Flüssigkeiten vorhanden.

Freund.

Experimentelle Untersuchungen über die Werthbestimmung der Harze und Balsame, von H. Beckurts und W. Brüche (*Arch. d. Pharm.* 230, 64—93). Die Verfasser sind auf Grund ihrer eingehenden Versuche zu der Ansicht gelangt, dass — wie auch andere Autoren dies bestätigen — für eine Anzahl gebräuchlicher Harzdrogen die Bestimmung der Säure-, Ester-, Verseifungs- und Jodzahlen nicht nur für die Beurtheilung der Reinheit der Drogen werthvolle Anhaltspunkte giebt, sondern dass die erhaltenen Zahlen auch in vielen Fällen bestimmte Hinweise auf die Art der Verfälschung gestatten.

Freund.

Ueber einige Kühlapparate, von Greiner u. Friedrichs (*Zeitschr. f. angew. Chem.* 1892, 22). 3 neue Formen gläserner Rückflusskühler sind abgebildet.

Mylius.

Kohlensäurebestimmungsapparat mit automatischem Säurezufluss, von Greiner u. Friedrichs (*Zeitschr. f. analyt. Chem.* 31, 187—188). Der Apparat ist beschrieben und abgebildet.

Mylius.

Einige Laboratoriumsapparate, von W. Ostwald (*Zeitschr. f. analyt. Chem.* 31, 180—186). Da für das Verständniß der Apparate die beigegebenen Zeichnungen wesentlich sind, mag es hier genügen, die beschriebenen Gegenstände aufzuzählen. Es sind: 1) kleiner Gasofen, 2) Universalhalter, 3) Filtrirstativ für das qualitative Laboratorium, 4) Filtrirringe, 5) Trockenofen und Trichterhalter, 6) Schwefelwasserstoffapparat, 7) Excentrische Klinke. Die Gegenstände werden von Kähler & Martini verfertigt.

Mylius.

Gasapparat für Laboratorien, von A. Burgemeister (*Zeitschr. f. angew. Chem.* 1892, 236—238). Chemische Laboratorien, welche keine Gasleitung haben, werden sich für den hier beschriebenen Apparat interessieren; derselbe ist bestimmt, mit Hilfe eines Luftstromes gasförmigen Petroleumäther den verschiedenen im Gebrauch befindlichen Brennern zuzuführen. Da die Beschreibung des Apparates ohne die beigelegte Abbildung werthlos sein würde, so muss auf die Originalmittheilung verwiesen werden.

Mylius.

Ein neuer Laboratoriumsbrenner, von Nic. Teclu (*Journ. f. prakt. Chem.* (2) 45, 281—286). Es werden die Elemente einer guten Brennerconstruction auseinander gesetzt (vergl. *diese Berichte* XXV, Ref. 105) und ein neuer Brenner beschrieben, dessen Luft- und Gasregulirung gestattet, nicht nur eine der Bunsenflamme entsprechende ruhig brennende blau leuchtende, sondern auch eine den Charakter der Gebläseflamme tragende, mit beträchtlich gesteigerter Heizwirkung ausgestattete Flamme zu erzeugen. Mit Hilfe eines auf das Brennerrohr aufgesetzten Schlitzaufsatzes gelingt es mit dem neuen Brenner, einen Kupferdraht von 6 cm Länge und 5 mm Querschnitt, welcher an einem dünnen Eisendraht horizontal aufgehängt ist, nach einer Minute zum Schmelzen zu bringen. Die Brenner werden durch Franz Hugershoff in Leipzig geliefert.

Schertel.

Bestimmung des Fluors in frischen und in fossilen Knochen, von A. Carnot (*Compt. rend.* 114, 1189—1192). Aus den vom Verfasser mitgetheilten Analysen ist zu ersehen, dass in den fossilen Knochen etwas weniger Calciumphosphat, mehr Calciumcarbonat und Eisenphosphat und viel mehr Calciumfluorid als in den frischen Knochen enthalten ist, während der Gehalt an Magnesiumphosphat und Calciumchlorid keine merklichen Unterschiede aufweist. Bemerkenswerth sind die grossen Mengen Magnesiumphosphat in den Elephantenzähnen (3.82 pCt.) und besonders im Elfenbein (15.72 pCt.), während in frischen und fossilen Knochen sich selten über 2 pCt. dieses Salzes vorfinden.

Gabriel.

Nachweis der höheren Alkohole im Spirit, von C. Bardy (*Compt. rend.* 114, 1201—1204). Zur annähernden Bestimmung des Butyl- und Amyl-Alkohols wird der Spirit mit Salzwasser versetzt

und dann wiederholt mit Schwefelkohlenstoff ausgeschüttelt, welcher die beiden höheren Alkohole aufnimmt; sie werden alsdann in ihre Essigester verwandelt und letztere dem Volumen nach bestimmt. Der Propyl- resp. Isopropylalkohol bleibt im Aethylalkohol zurück und kann nach verschiedenen Methoden bestimmt werden.

Gabriel.

Neues Verfahren zur Werthbestimmung des Brodes, Mehles, Albumins etc. (2. Mittheilung) von John Barker Smith (*Bull. Acad. Roy. de Belgique* [3] 22, 528—538).

Verfahren zur Bestimmung des Stickstoffes in organischen Substanzen, von Fritz Blau (*Monatsh. f. Chem.* 13, 277—285). Die vom Verfasser vorgeschlagene Modification des Dumas'schen Verfahrens besteht darin, dass er die im Schiffchen befindliche Substanz in beiderseitig offenen Rohre im Kohlensäurestrome verkohlt, die Dämpfe durch grobes Kupferoxyd, die restirende Kohle in stickstofffreiem Sauerstoff (aus Wasserstoffsperoxyd und Kaliumbichromat bereitet) verbrennt und den überschüssigen Sauerstoff im Rohre selbst durch glühendes Kupfer absorbirt, schliesslich den etwa im Rohr verbliebenen Rest des Stickstoffs durch Kohlensäure ins Messrohr spült. Die Anordnung und Einrichtung der benutzten Apparate ist aus den dem Original beigegebenen Holzschnitten zu ersehen. Die Vorzüge des modificirten Verfahrens bestehen darin, dass der Fehler etwa 5mal kleiner ist, als bei dem älteren Verfahren, dass die Analyse flüchtiger und flüssiger Körper bequemer ausgeführt werden kann und dass das Rohr nach Absolvirung der Analyse sofort zu einer nächsten vorbereitet ist.

Gabriel.

Ueber eine Fehlerquelle bei chemischen Operationen in Folge Verwendung von Gasflammen, von Ad. Lieben (*Monatsh. f. Chem.* 13, 286—298). Verfasser hat beobachtet, dass bei Verwendung einer Gasflamme zum Abdampfen von Flüssigkeiten Schwefelsäure in dieselben gelangt, welche als Verbrennungsproduct des Gases auftritt. Die Menge der erstgenannten Säure hängt nicht nur von der Grösse der Flamme, der Dauer des Abdampfens und der Versuchsanordnung, sondern auch wesentlich von der chemischen Beschaffenheit der abzdampfenden Lösung ab: am meisten Säure wurde von basischen Lösungen oder den Salzen flüchtiger organischer Säuren, weniger vom destillirten Wasser, am wenigsten von schwach salzsaurer Chlorbaryumlösung, aufgenommen; reine Salzsäure blieb beim Abdampfen überhaupt schwefelsäurefrei. Auch Schwefligsäure liess sich als Verbrennungsproduct der Schwefelverbindungen des Leuchtgases nachweisen, doch wäre es unzulässig, sie als Hauptproduct oder gar als einziges Product der Verbrennung anzusehen und anzunehmen, dass aus ihr die Schwefelsäure erst nachträglich in den Lösungen

durch Oxydation hervorgeht; letztere Säure entsteht vielmehr direct: wenn man nämlich eine Bunsen-Flamme unter einer mit kaltem Wasser gefüllten Platinschale brennen lässt, so bildet sich an der äusseren Seite der letzteren ein Thaubeschlag, in welchem Schwefelsäure nachweisbar ist. — Verfasser weist schliesslich auf die älteren denselben Gegenstand betreffenden Beobachtungen von Price (1864), Fresenius (Quant. Anal. 6. Aufl. II 4, 74), Gunning (1868), Ulex (1871), A. Vogel (1871, 1884), A. Wagner (1881), Church und Davies (1877), G. Witz (1885), O. Binder (1887) und E. v. Meyer (1890) hin.

Gabriel.

Verfahren zur quantitativen Trennung von Baryum und Calcium durch die Einwirkung von Amylalkohol auf die Nitrate, von P. E. Browning (*Americ. Journ. of Science* [3] 43, 314 — 317). Durch eine Reihe von Versuchen wurde festgestellt, dass Baryumnitrat in Amylalkohol beim Siedepunkt desselben so gut wie völlig unlöslich ist. Zur Trennung der Nitrate von Baryum und Calcium verfährt man, wie bei der Trennung von Strontium und Calcium angegeben wurde (*diese Berichte* XXV Ref. 293). Doch genügt schon einmalige Behandlung mit Amylalkohol. Bei einer Trennung des Calciums von Baryum und Strontium ist die Löslichkeit des Strontiumnitrates in Amylalkohol (siehe a. a. O.) in Rechnung zu ziehen.

Schertel.

Ueber die Nachweisung und qualitative Trennung von Strontium und Calcium durch Einwirkung des Amylalkohols auf die Nitrate, von P. E. Browning (*Americ. Journ. of Science* [3] 43, 386—388). Die im vorstehenden Referate beschriebene Reaction ist auch zur qualitativen Trennung anwendbar, wozu man höchstens 0.2 g der Salze und 5 ccm Amylalkohol verwendet. Dabei ist im Auge zu behalten, dass beim Kochen von Calciumnitrat mit Amylalkohol eine dem Gewichte nach fast verschwindend geringe Menge eines weissen Körpers sich abscheidet, welcher in Amylalkohol unlöslich ist und leicht für Strontium genommen werden könnte. Derselbe wird löslich, wenn er calcinirt und nochmals mit Amylalkohol behandelt wird.

Schertel.

Ueber die Bestimmung des in Wasser gelösten Sauerstoffs, von M. Adams (*Journ. chem. Soc.*, 1892, I, 310—322). Das Wesentliche bei dem Verfahren ist, dass das zu untersuchende Wasser zu keiner Zeit mit irgend einem Gas in Berührung kommt, und das Wesen des zur Ausführung des Verfahrens dienenden, im Original erläuterten und abgebildeten Apparates besteht darin, dass ein mit Quecksilber gefülltes Glasgefäss beim Abfliessen des Quecksilbers sowohl das Wasser, als die zu verwendenden Reagentien aufnimmt. Der Sauerstoff wird (nach Schützenberger) mit Natriumhyposulfit und mit einer Indigolösung als Indikator titirt. Zur Erzielung constanter

und richtiger Resultate ist es aber nothwendig, dass das zu untersuchende Wasser zu der in dem oben erwähnten Gefäss bereits vorhandenen Natriumhyposulfitlösung hinzutritt. Wird umgekehrt verfahren, so erfolgt die Reaction in zwei Stadien und die Resultate fallen, und zwar besonders dann, wenn langsam operirt wird, zu niedrig aus. Der Fehler wird nach der Ansicht des Verfassers einmal dadurch herbeigeführt, dass etwas Quecksilberoxydul zu Oxyd oxydirt wird und durch das Natriumhyposulfit wieder reducirt werden muss, zweitens aber, weil sich, wenn das Natriumhyposulfit zu dem sauerstoffhaltigen Wasser tritt, Wasserstoffsperoxyd bildet, welches, wie Ramsay und Williams gezeigt haben, durch Hyposulfit nur unvollständig reducirt wird. Vor dem von Roscoe und Lunt (*diese Berichte* XXII, 2717) construirten Apparat hat derjenige des Verfassers den Vorzug grösserer Einfachheit und Handlichkeit.

Schotten.

Bericht über Patente

von

Ulrich Sachse.

Berlin, den 8. Juni 1892.

Kohlensäure. E. Luhmann in Andernach a. Rh. Verfahren und Apparat zur Gewinnung von Kohlensäure aus Alkalibicarbonat. (D. P. 62268 vom 10. Mai 1891, Kl. 12.) Man lässt die in Verbrennungsgasen enthaltene Kohlensäure durch Alkalilauge absorbiren und treibt hierauf erstere durch Kochen der Lauge wieder aus. Von dem Ozouf'schen Verfahren abweichend, wird diese Auskochung in zwei Stadien vorgenommen und zwar in der Weise, dass man das Hauptquantum der Kohlensäure zuerst unter gewöhnlichem Druck durch Auskochen entfernt, danach die verbleibende noch doppelt- bzw. anderthalbkohlensaure Salze enthaltende Lauge in einen Kessel von mittlerer Spannung einbringt und dort durch Erhitzen eine kräftige Dampfbildung und mit Hilfe dieser die Umwandlung der Resttheile der doppelt- bzw. anderthalbkohlensauren Salze in einfachkohlensaure Salze unter Abscheidung der Kohlensäure bewirkt. In einem Kessel befindet sich eine nur Bicarbonat enthaltende Lauge, die bei gewöhnlichem Druck vermittels heisser