

Analytische Chemie.

Eine neue Bestimmungsmethode der Vanadinsäure, von A. Rosenheim und C. Friedheim (*Zeitschr. f. anorgan. Chem.* I, 313—317). Die Vanadinsäure wird in schwefelsaurer Lösung durch Oxalsäure reducirt, und die dabei auftretende Kohlensäure gewichtsanalytisch bestimmt. Die Reduction geht bis zum Vanadyl entsprechend der Gleichung $V_2O_5 + H_2C_2O_4 = V_2O_4 + H_2O + 2CO_2$. Vor der Holverscheid'schen Destillationsmethode mittelst Bromwasserstoffs hat der vorgeschlagene Weg den Vortheil, dass er die Bestimmung der Basis in derselben Probe gestattet, auch wenn Phosphorsäure, Wolframsäure und Molybdänsäure gegenwärtig sind; zu dem Zwecke wird die Mischung zur Zerstörung der Oxalsäure eingedampft, worauf die fremden Säuren nach der Neutralisation mit Ammoniak durch Quecksilbernitrat entfernt werden. Mylius.

Beurtheilung und Werth von Mineralanalysen, von C. Rammelsberg (*Zeitschr. f. anorgan. Chem.* I, 335—342). Der Zweck der vorliegenden Abhandlung ist, »jüngere Chemiker darauf hinzuweisen, dass eine Mineralanalyse nicht bloss die Fähigkeit voraussetzt, analytische Methoden richtig anzuwenden, sondern auch eine sorgfältige Rücksicht auf die Beschaffenheit des Materials erfordert, wenn sie ihren Zweck erfüllen soll«. Die reiche Erfahrung des Verfassers erlaubt ihm, eine grosse Anzahl von Beispielen zu besprechen in denen eine irrije Interpretation der Analyse zu Trugschlüssen über die Zusammensetzung der Mineralien geführt hat. Mylius.

Ueber die volumetrische Bestimmung der Harnsäure im Harn nach Haycraft-Herrmann, von E. Deroide (*Bull. soc. chim.* [3] 7, 363). Das Verfahren Haycraft-Herrmann giebt den Gehalt des Urins an Harnsäure viel zu hoch an, weil die Silbersalze auch Körper der Xanthingruppe ausfallen und mit denselben in Ammoniak unlösliche Verbindungen bilden. Die Zusammensetzung des harnsauren Silbers ist nach Versuchen des Verfassers eine constante. Schertel.

Ueber die Bestimmung des Stickstoffes in Nitraten, Salpetersäureestern und Nitroderivaten nach Kjeldahl's Verfahren, von L. Chenel (*Bull. soc. chim.* (3) 7, 321—327). Jodelbauer's Modification des Kjeldahl'schen Verfahrens hat im Laboratoire central des poudres mit einer grossen Anzahl Verbindungen, deren Stickstoff sonst nach Dumas bestimmt werden musste, sehr scharfe Resultate gegeben, nicht aber bei den Nitronaphtalinen. Dieselben mussten erst mit Jod und Phosphor zu Naphtylaminen reducirt werden, bevor der Stickstoff nach Kjeldahl bestimmt werden konnte. Schertel.

Ueber die Veränderung der Lösungen des Schwefelwasserstoffes beim Aufbewahren, von Salazar und Newmann (*Bull. soc. chim.* [3] 7, 334—336). Die Versuche der Verfasser zeigen, dass es vortheilhafter ist, Schwefelwasserstoff in einer Mischung gleicher Volumen Wasser und Glycerin, welche von Lepage 1867 vorgeschlagen worden ist, als in reinem Wasser zu lösen. Die Oxydation des gelösten Schwefelwasserstoffes geht im Lichte weit rascher vor sich, als im Dunkeln.

Schertel.

Ueber Dumas' Verfahren der Stickstoffbestimmung in organischen Substanzen, von James O'Sullivan (*Journ. Soc. Chem. Ind.* 1892, 327—328). Bei allen seinen Versuchen fand der Verfasser, dass ein Theil des Stickstoffes (4—11 pCt.) als Stickoxyd aus der Verbrennungsröhre entwich. Die Menge des Stickoxydes steigerte sich nicht, als das vorgelegte metallische Kupfer durch Asbest ersetzt wurde. Um genaue Resultate zu gewinnen, muss man Stickstoff und Stickoxyd durch Gasanalyse bestimmen.

Schertel.

Volumetrische Bestimmung des Calciumphosphates mittelst Uranlösung, von J. B. Coleman (*Journ. Soc. Chem. Ind.* 1892, 328). Die Versuche des Verfassers bestätigen die Ansicht, dass die Uranlösung auf eine Lösung von Calciumphosphat gestellt werden müsse, will man genaue Ergebnisse gewinnen.

Schertel.

Verbessertes Verfahren zur Bestimmung kleiner Mengen von Silber und Gold in Metallen, Steinen u. s. w., von Caleb Whitehead (*Chem. News* 66, 19). Man wägt von der Probe eine nach dem Reichthume an Edelmetallen sich bestimmende Menge ab, bringt dieselbe in ein geräumiges Becherglas und fügt eine zur vollständigen Lösung genügende Menge chlorfreier Salpetersäure in einzelnen Portionen hinzu. Um das in der Lösung fein vertheilte Gold zu sammeln, verdünnt man mit Wasser, löst darin 50 g Bleiacetat und versetzt dann mit 1 ccm verdünnter Schwefelsäure. Durch das Bleisulfat wird das Gold mit niedergerissen. Nachdem der Niederschlag sich abgesetzt hat, wird er filtrirt, ausgewaschen und nach dem Trocknen sammt der Filterasche mit Probirblei auf dem Scherben angesotten und dann auf der Kapelle abgetrieben. Weil das Goldkorn Spuren von Silber enthalten kann, wird eine Trennung nach bekanntem Verfahren vorgenommen. — Zu dem Filtrate von dem goldhaltigen Niederschlage giebt man unter Umrühren Bromnatriumlösung solange, als noch ein Niederschlag entsteht. Der Niederschlag von Bromsilber und Bromblei wird filtrirt und mit kaltem Wasser gut ausgewaschen. Nach dem Trocknen wird er mit dem dreifachen Gewichte Natriumcarbonat und einer kleinen Menge Mehl oder einem anderen Reductionsmittel gemischt, in einem kleinen Tiegel mit Borax-

glas bedeckt und in der Muffel geschmolzen. Der Metallregulus, welcher etwa 2 g wiegen und von Kupfer frei sein soll, wird abgetrieben. — Die wenigen angeführten Beleganalysen stimmen gut überein. Das Verfahren würde bei Anwendung auf armes Probematerial die lästigen Concentrationen ersparen.

Schertel.

Bestimmung der Schlacke in geschmiedetem Eisen, von A. E. Barrows und Thomas Turner (*Chem. Soc.* 1892, 551 — 557). Bei dem Versuche, die im Walzeisen enthaltene Schlacke dadurch zu bestimmen, dass man das Eisen durch Erhitzen im Chlorstrome abdestillirt und den Rückstand als Schlacke wägt, wurde beobachtet, dass aus Ferrosilicat Eisenchlorid abdestillirt, während Eisenoxyd zurückbleibt. Das Eisenoxydul verhält sich entsprechend der Gleichung $3 \text{FeO} = \text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Fe}$. (Diese Beobachtung ist nicht neu, wie aus Dr. J. Post, *Chemisch-technische Analyse*, 2. Aufl., Bd. I, 546 ersichtlich ist, wo die Reaktionsgleichung in der correcteren Form $3 \text{Fe}_2\text{SiO}_4 + 3 \text{Cl}_2 = 3 \text{SiO}_2 + 2 \text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{Cl}_6$ gegeben wird). Die Bestimmung der Schlacke gelingt, wenn man etwa 1 g der feinvertheilten Probe mit 50 ccm einer Lösung von Kupfersulfat und Chlornatrium unter häufigem Umrühren eine halbe Stunde in der Kälte stehen lässt. Man filtrirt die Lösung, wäscht den Rückstand durch Decantation und behandelt ihn bis zur völligen Lösung des ausgefallenen Kupfers mit der kalten Chlorkupferlösung. Die Flüssigkeiten werden filtrirt, der unlösliche Antheil auf ein kleines aschefreies Filter gespült, gegläht und gewogen. Das Papier des ersten Filters hält soviel Kupfer und Eisensalze zurück, dass es ohne Anwendung von Säure nicht ausgewaschen werden kann.

Schertel.

Eine einfache Methode zur Bestimmung des Wassergehaltes in Jod, von C. Meineke (*Chem. Ztg.* XVI, 1149). Das Wasser wird bestimmt, indem das Jod in trockner Probirröhre mit der 4 — 5 fachen Menge ausgeglühten Silberpulvers überschichtet und dann langsam erwärmt wird, so dass eine ganz allmähliche Jodsilberbildung stattfindet. Das entweichende Wasser wird, nach vollständiger Absorption des Jods, von den kälteren Theilen der Röhre durch stärkeres Erhitzen vollständig verjagt und aus dem Gewichtsverlust ermittelt. Die Methode giebt genaue Zahlen, auch wenn Chlor und Brom zugegen, nicht aber bei Gegenwart von grösseren Mengen von Cyan.

Will.

Ueber die Bereitung von reinem Jod, von C. Meineke (*Chem. Ztg.* XVI, 1219). Das durch Oxydation von Jodkalium durch Kaliumjodat abgeschiedene Jod hat sich als gleichwerthig mit dem nach dem Stas'schen Verfahren gereinigten Jod erwiesen. Auch aus einer Lösung, welche Jodhalogene und Cyan euthält, fällt

es vollkommen frei von diesen aus und kann durch Auswaschen völlig davon getrennt werden. Zum Aufarbeiten von Jodkalium entbalten-den Lösungen gab dem Verfasser Oxydation mit Kaliumpermanganat den besten Erfolg. Durch Sublimation lässt sich aus Cl in Br hal-tigem Jod reines Jod darstellen, doch ist bei grösserem Gehalt an ersteren mehrfache Sublimation erforderlich. Eine Reinigung des durch Schmelzen in einer hochsiedenden Chlorcalciumlösung unter Zu-satz von Jodkalium und Salzsäure entfernt das Jodcyan vollständig, weniger vollständig wird Cl und Br entfernt. Jedoch ist der Gehalt an beiden so herabgedrückt, dass eine einmalige Sublimation mit Jod-kalium und Baryumoxyd zu ihrer Entfernung genügt. wii.

Bericht über Patente

von

Ulrich Sachse.

Berlin, den 3. August 1892.

Allgemeine Verfahren und Apparate. St. Ch. C. Currie in Philadelphia (Penns., V. St. A.). Verfahren zur Herstellung der Elektroden für Sammelbatterien. (D. P. 62908 vom 25. Februar 1891, Kl. 21). In eine Hülle aus einem den chemischen Vorgang nicht beeinflussenden Gewebe wird unter Einbringung eines Kernstückes ein flüssiges bzw. geschmolzenes Metallsalz z. B. Bleichlorid eingegossen. Nach Erstarren des Salzes wird das Kernstück durch ein gleichgeformtes Stück des dem Metallsalz entsprechenden Metalles, im vorliegenden Falle Blei, ersetzt, worauf die Reduction des Salzes zum Metall durch Elektrolyse oder auf andere geeignete Weise erfolgt.

A. Riekmann in London. Albumin-Diaphragma für elektrolytische Zellen. (D. P. 63116 vom 8. Juli 1891, Kl. 75.) Das namentlich für solche elektrolytische Zellen, welche zur Zer-setzung von Chloralkalien bestimmt sind, dienende Albumindiaphragma wird in der Weise hergestellt, dass man Albumin, am besten Blut-eiweiss, in 2 Gewichtstheilen Wasser von 38° C. löst, den so er-haltenen dicken Syrup behufs Reinigung durch ein grobes Baum-wollentuch seigt und zwischen zwei geölten Glasplatten durch Er-