

## Analytische Chemie.

**Eine Methode zur gleichzeitigen Bestimmung von Kohlenstoff und Stickstoff in organischen Verbindungen**, von F. Klingemann (*Lieb. Ann.* 275, 92—102). Die vom Verf. benutzte Methode besteht darin, die betreffende Substanz im hinten zugeschmolzenen, vorn ausgezogenen Verbrennungsrohr, welches man vor und nach der Operation mit der Sprengel'schen Luftpumpe evacuirt, mit Kupferoxyd und vorgelegter Kupferspirale zu verbrennen und das entwickelte Gasgemisch zunächst im Ganzen und dann nach Absorption der Kohlensäure zu messen. Stickoxyd entsteht selbst bei schneller Verbrennung und kurzen Kupferspiralen nie in solchen Mengen, dass ein wesentlicher Fehler in die Analyse hineingebracht würde, und tritt bei vorsichtigem Arbeiten überhaupt nicht auf.

Gabriel.

**Ueber die Bestimmung des Bors**, von H. Moissan (*Compt. rend.* 116, 1087—1091). Verf. hat bei einer Prüfung der verschiedenen Methoden der Borbestimmung mit dem Verfahren von Gooch, welches sich auf die Einwirkung des Methylalkohols auf Borsäure gründet, die besten Resultate erzielt. Er beschreibt und erläutert durch eine Zeichnung einen für diesen Zweck construirten Apparat, in welchem die Borsäure mit Holzgeist destillirt und in einer Vorlage aufgefangen wird, an die zur Verhütung von Verlusten ein ammoniakgefülltes Kugelrohr sich anschliesst. Die borhaltigen Destillate werden nach vollendeter Operation auf eine gewogene Menge Kalk gegossen; letzterer wird nach dem Verdunsten des Holzgeistes geglüht und gewogen. Die Gewichtszunahme ist gleich der Borsäure.

Gabriel.

**Ergebnisse einer neuen Methode der Butterprüfung zur Untersuchung der Mischungen von Butter mit verschiedenen Fetten**, von A. Houzeau (*Compt. rend.* 116, 1100—1103). Fortsetzung von *diesen Berichten* 26, Ref. 415.

Gabriel.

**Allgemeine Methode der Butterprüfung**, von Raoul Brullé (*Compt. rend.* 116, 1255—1257). Wird eine Butter mit alkoholischer Silbernitratlösung erhitzt, so verrathen sich beigemischte Samenöle durch die auftretenden, sehr charakteristischen Farbenänderungen; lässt man nun erkalten, so kann durch mikroskopische Untersuchung der ausgeschiedenen Krystalle das Olivenöl erkannt werden. — Um Verfälschungen mit thierischen Fetten zu erkennen, werden 5 g geschmolzene und filtrirte Butter bei 130° mit einer Prise Bimssteinpulver und 8 Tropfen rauchender Salpetersäure etwa 12 Minuten erhitzt und dann auf 21° abgekühlt: darauf prüft man die Festigkeit des erstarrten Fettes im Oleogrammometer: letzteres besteht aus einem in

einer Führung gehenden, senkrecht verschiebbaren Stab, welcher so lange belastet wird, bis er plötzlich in das untergestellte Fett eindringt: die hierzu nöthige Belastung beträgt für reine Butter 250 g, für reines Margarin 5000 g; aus den dazwischen liegenden Werthen lässt sich hinreichend genau das Mischungsverhältniss von Butter und Margarin abschätzen.

Gabriel.

**Gasvolumetrische Bestimmung organischer Säuren und der Jodsäure**, von H. Kux (*Zeitschr. f. analyt. Chem.* 32, 129—163). Die beschriebene Methode geht von der schon von Mohr gemachten Erfahrung aus, dass aus jodsaurem Kalium auch durch schwache Säuren die Jodsäure ausgeschieden wird und diese alsdann aus Jodkaliumlösungen Jod in Freiheit setzt. Lässt man freie organische Säuren, von denen Ameisensäure, Essigsäure, Propionsäure, Buttersäure, Oxalsäure, Milchsäure, Bernsteinsäure, Aepfelsäure, Weinsäure und Citronensäure bei den Versuchen zur Anwendung kamen, auf eine Lösung von ganz säurefreiem Jodkalium und jodsaurem Kalium einwirken, so vollzieht sich ein Vorgang im Sinne der Gleichung:  $5KJ + JO_3K + 6HCl = 6J + 3H_2O + 6KCl$ . Die Umsetzung geht entweder sofort vor sich oder bedarf mehr oder weniger langer Zeit, wie für jede Säure genau angegeben wird. Zur Bestimmung des Jods dient die von Baumann (*diese Berichte* 24, Ref. 789) angegebene, gasvolumetrische Methode. Werden die im Original bis ins einzelne gegebenen Vorschriften bei der Ausführung dieser Bestimmungen genau befolgt, so sind die erhaltenen Ergebnisse, wie zahlreiche Beleganalysen zeigen, sehr befriedigende; daher bezeichnet auch der Verf. die von Marchlewsky (*diese Berichte* 24, Ref. 791) gegen die Baumann'sche Methode erhobenen Einwände als unzutreffend, vorausgesetzt, dass genau nach Vorschrift gearbeitet wird. Dass nach der beschriebenen Methode auch eine Bestimmung der Jodsäure in Jodaten leicht ausführbar ist, braucht schliesslich kaum hervorgehoben zu werden.

Foerster.

**Zum mikrochemischen Nachweis des Schwefels. Notiz über die Anwendung gasförmiger Reagentien, insbesondere des Bromdampfes, in der mikrochemischen Analyse**, von F. Emich (*Zeitschr. f. analyt. Chem.* 32, 163—167). Benetzt man ein Sulfid in gut zerkleinertem Zustande mit einer 5—25procentigen Chlorcalciumlösung und bringt den Objekträger mit dem Tropfen nach abwärts auf die Oeffnung einer mit gesättigtem Bromwasser gefüllten Flasche, so wird der Schwefel zu Schwefelsäure oxydirt, und es erscheinen die charakteristischen Krystalle des Gypses. Diese sehr empfindliche Reaction gelang bei einer grösseren Anzahl natürlich vorkommender und künstlich hergestellter Sulfide, vorausgesetzt, dass die Räucherung mit Bromdampf, welche gewöhnlich nur kurze Zeit beansprucht, unter Umständen genügend lange fortgesetzt wurde. Von organischen Ver-

bindungen waren es die Rhodanmetalle und -äther, Schwefelharnstoff, Senföle und xanthogensaures Kalium, welche durch die beschriebene Reaction ihren Schwefelgehalt zu erkennen gaben. Die Anwendung dampfförmiger Reagentien dürfte, wie Verf. nachweist, auch in anderen Fällen in der mikrochemischen Analyse mit Vortheil verwendet werden; z. B. kann man einen Arsenspiegel durch Bromdampf oxydiren; bringt man eine Spur Bittersalz hinzu und räuchert mit Ammoniak, so entstehen die charakteristischen Krystalle von  $MgNH_4AsO_4$ . Foerster.

**Neue Methode zur Bestimmung des Fettgehaltes der Milch**, von L. Liebermann und S. Székely (*Zeitschr. f. analyt. Chem.* 32, 168 — 173). Wird zur Bestimmung des Fettgehaltes Milch mit Aether ausgeschüttelt, so gehen auch kleine Mengen nicht fettartiger Stoffe in den Aether mit über. Behandelt man jedoch die Milch mit Petroleumäther, so nimmt dieser ausschliesslich die Fettsubstanzen auf. Nach dieser Erfahrung wird zur Fettbestimmung in der Milch eine neue Methode genau angegeben, welche als Weiterführung des vor etwa 10 Jahren von L. Liebermann mitgetheilten Verfahrens zu betrachten ist. Foerster.

**Zur gerichtlich-chemischen Untersuchung verdächtiger Flecken auf Blut**, von H. Struve (*Zeitschr. f. analyt. Chem.* 32, 174 — 178). Bei gerichtlich-chemischen Untersuchungen sind häufig Blutflecken von solchen Flecken zu unterscheiden, welche von Fliegenexcrementen herrühren. Im Gegensatz zu den Angaben Janecki's (vergl. *Zeitschr. f. analyt. Chem.* 31, 236) findet Verf., dass die Fliegen selbst keinen Farbstoff enthalten, welcher die gleichen oder ähnliche Reactionen giebt, wie die bekannten Blutfarbstoffe. In Fliegenexcrementen findet sich nur dann Blutfarbstoff, wenn die Fliegen Gelegenheit hatten, sich mit Blut zu nähren. Foerster.

**Zur Jodadditionsmethode**, von F. Gantter (*Zeitschr. f. analyt. Chem.* 32, 178 — 181). Das nach den Angaben von Hübl bei der von diesem ausgearbeiteten Jodadditionsmethode bei der Reaction zugesetzte Quecksilberchlorid verstärkt je nach der Menge, in der es angewandt wird, die Menge des von den Fetten absorbirten Jods. Das Quecksilberchlorid greift also bei der Hübl'schen Methode in die Reaction ein, die gefundenen Jodzahlen drücken also nicht das wahre Additionsvermögen der Fette aus. Nichtsdestoweniger sind sie, wenn bei ihrer Ermittlung stets in gleicher Weise gearbeitet wird, mit einander vergleichbare werthvolle Relativzahlen. Foerster.

**Eine neue Methode zur Bestimmung der Jodzahl in Fetten und Oelen**, von F. Gantter (*Zeitschr. f. analyt. Chem.* 32, 181 bis 184). Um das wirkliche Jodadditionsvermögen von Fetten und Oelen zu bestimmen (vergl. das vorhergeh. Ref.), schlägt Verf. vor, die

zu untersuchenden Fette 50 Stunden lang mit der 4- bis 5-fachen Gewichtsmenge von Jod in einer Lösung von Tetrachlorkohlenstoff bei gewöhnlicher Temperatur zu behandeln und alsdann den Jodüberschuss durch Schütteln mit wässriger Natriumthiosulfatlösung zurück zu titrieren.

Foerster.

**Zur Bestimmung des Kaliums**, von E. W. Hilgard (*Zeitschr. f. analyt. Chem.* 32, 184—185). Die Zersetzung von Kaliumplatinchlorid wird sehr beschleunigt, wenn man sie in einem Platintiegel vornimmt, dessen Wände innen vom Boden aus bis zur Hälfte mit einer Schicht von Platinschwamm überzogen sind. In einem so vorbereiteten Tiegel zersetzt man das Kaliumplatinchlorid durch heftiges Glühen, wobei sich der grösste Theil des Chlorkaliums verflüchtigt. Gegen die übliche Art der Reduction des Kaliumplatinchlorids (Ansammeln im Filterröhrchen auf Asbest und kurzes Erhitzen des Röhrchens in Wasserstoff) scheint das neue Verfahren um so weniger Vortheile zu bieten, als bei ihm gelegentlich die Zersetzung unvollständig bleibt.

Foerster.

**Absorptions- und Waschapparat**, von C. Mann (*Zeitschr. f. analyt. Chem.* 32, 186). Vergl. die Zeichnung im Original. Foerster.

**Einfache Trennung des Eisens von der Thonerde**, von H. Bornträger (*Zeitschr. f. analyt. Chem.* 32, 187). Man löst das zuvor gewogene Gemenge von Eisenoxyd und Thonerde in Salzsäure, neutralisirt beinahe mit Kalilauge, fügt unter Vermeidung eines Ueberschusses neutrale, flüssige Kaliseife hinzu, filtrirt die ausgeschiedenen Oleate ab, trocknet über Chlorcalcium, bis die Hauptmenge des Wassers entfernt ist, und wäscht den Niederschlag auf dem Filter mit heissem Petroleum; dadurch wird das Eisenoxyd gelöst und die Thonerde bleibt zurück.

Foerster.

**Rasche Reduction des Kaliumplatinchlorids**, von H. Bornträger (*Zeitschr. f. analyt. Chem.* 32, 188). Zur Reduction des in kochendem Wasser gelösten Kaliumplatinchlorids wird flüssige Kaliseife vorgeschlagen.

Foerster.

**Zum Nachweis des Ammoniaks mit Nessler'schem Reagens**, von L. L. de Koninck (*Zeitschr. f. analyt. Chem.* 32, 188). Nessler'sches Reagens giebt in alkoholischen, ammoniakhaltigen Lösungen keinen Niederschlag, nicht einmal eine Färbung. Die Bohligsche Reaction des Ammoniaks mit Quecksilberchlorid wird durch die Gegenwart von Alkohol nicht verhindert.

Foerster.

**Ueber die Trennung des Strontians vom Kalk**, von R. Fresenius (*Zeitschr. f. analyt. Chem.* 32, 189—203). Die Arbeit ist eine Fortsetzung der von R. Fresenius über die Trennung der Erdalkalien unternommenen Versuchsreihen (vergl. *diese Berichte* 23, Ref. 212 und 412, 24, Ref. 476 und 25, Ref. 290). Die Methode zur

Trennung von Strontian und Kalk, welche auf der verschiedenen Löslichkeit ihrer Nitrates in Aetheralkohol beruht, giebt bei richtiger Ausführung hinreichend befriedigende Ergebnisse. Von vollkommen trockenem Strontiumnitrat löst sich 1 Theil in etwa 83000 Theilen einer Mischung aus gleichen Volumen absoluten Alkohols und Aethers, während 1 Theil Calciumnitrat zur Lösung nur 1.81 Theile dieser Mischung braucht. Sorgt man dafür, dass die Nitrates vollständig wasserfrei sind, was man dadurch bewirkt, dass man ihre Lösung im Kolben ausdampft und den Rückstand auf dem Sandbade im trockenen Luftstrome erhitzt, oder besser, wenn man denselben in einer Porcellanschale andauernd im Luftbade bei  $130^{\circ}$  trocknet, so gelingt die Trennung nahezu vollständig. Zur gänzlichen Erschöpfung des Strontiumnitrates verfährt man am besten so, dass man die trockenen, fein zerriebenen Nitrates fünfmal rasch mit je 5 ccm Alkohol verreibt, die erhaltenen Lösungen abgießt, den Rückstand mit Wasser aufnimmt, eindampft, wieder gut trocknet und nun mit Aetheralkohol in das die zuerst gewonnene Lösung enthaltende Kölbchen spült und darin unter öfterem Umschütteln 24 Stunden stehen lässt, man filtrirt und wäscht das zurückbleibende Strontiumnitrat, im Wesentlichen durch Decantation, mit möglichst wenig Aetheralkohol; bei Anwendung von 0.5 g  $\text{SrCO}_3$  und 0.5 g  $\text{CaCO}_3$  wurden 60 ccm Aetheralkohol zum Auswaschen gebraucht. Immerhin bleibt eine sehr kleine Menge von Kalk beim Strontian, und auch von letzterem geht ein wenig in Lösung.

Die Trennung, welche auf dem verschiedenen Verhalten der Sulfate zu schwefelsaurem Ammoniak beruht, ist eine unvollständige, da einerseits Strontiumsulfat in etwa 17000 Theilen einer Ammoniumsulfatlösung (1:4) löslich ist, und dies daher zum Theil mit dem Kalk in Lösung geht, andererseits stets eine beträchtliche Menge Calciumsulfat ungelöst bleibt. Ausserdem ist die Fällung des Kalkes als Oxalat aus einer an Ammoniumsulfat reichen Lösung auch bei starker Verdünnung derselben keine ganz vollständige.

Die von E. Fleischer vorgeschlagene Methode zur Trennung von Strontian und Kalk, welche auf dem verschiedenen Verhalten der Oxalate zu schwefelsaurem Kali beruht, würde richtige Resultate geben, wenn in der That Strontiumoxalat durch Kochen mit concentrirter Kaliumsulfatlösung vollkommen in Sulfat umgewandelt würde, während Calciumoxalat durch jenes Reagens nicht verändert würde. Es zeigte sich aber, dass beim Kochen von Calciumoxalat mit Kaliumsulfatlösung sowohl Kalk als Oxalsäure sich lösen, indem ein Gleichgewichtszustand entsteht, welcher sowohl durch Zusatz von Ammoniumoxalat wie von essig-

saurem Kalk unter Abscheidung von Calciumoxalat gestört wird. Ferner hält der nach Behandlung von oxalsaurem Strontium mit Kaliumsulfatlösung erhaltene Rückstand stets nicht unerhebliche Mengen Oxalsäure zurück. Somit ist die Trennung keineswegs exact, und kann höchstens scheinbar genaue Trennungen zulassen, indem entgegengesetzt wirkende Fehler sich zufällig aufheben.

Bezüglich der Methode von Sidersky hat sich schon wiederholt ergeben, dass sie zu unbefriedigenden Ergebnissen führt (vergl. *diese Berichte* 25, Ref. 133). Die Grundlagen dieser Methode sind insofern unrichtige, als bei Zusatz einer Lösung von Ammoniumoxalat und Ammoniumsulfat zu einer salzsauren Lösung von Strontian und Kalk auch Gyps entsteht, welcher mit dem Strontiumsulfat ausfällt, während ein Theil des letzteren durch die Salzsäure in Lösung gehalten wird. Es wirken also auch hier zwei Fehlerquellen einander entgegen, wodurch gelegentlich scheinbar richtige Resultate erhalten werden können. Es ist somit zur Trennung von Strontian und Kalk unter den bisher vorgeschlagenen Methoden allein diejenige zu verwenden, welche auf dem verschiedenen Verhalten der Nitrate dieser Basen zu Aetheralkohol beruht.

Foerster.

**Ueber die Trennung des Baryts, Strontians und Kalks,** von R. Fresenius (*Zeitschr. f. analyt. Chem.* 32, 312—317). Nachdem der Verf. in umfassender Weise die zur Trennung der alkalischen Erden vorgeschlagenen Methoden einer gründlichen Sichtung unterzogen hat (vergl. das vorhergeh. Ref.), ist er dazu gelangt, zuverlässige Methoden für die genannte Trennung angeben zu können. Bezüglich der zur leichten und sicheren qualitativen Erkennung von Baryum, Strontium und Calcium mitgetheilten Methode sei auf das Original verwiesen, vergl. hierzu auch: Lüdeking, *diese Berichte* 24, Ref. 48, Fileti, ebenda 25, Ref. 133; Grittner, ebenda 25, Ref. 594 und W. Fresenius und F. Ruppert, ebenda 25, Ref. 599. Hinsichtlich der quantitativen Trennung der Erdalkalien ergaben sich nur die Scheidung des Baryts als chromsaurer Baryt oder als Kieselfluorbaryum und diejenige der Nitrate des Baryums und Strontiums vom Calciumnitrat durch Aetheralkohol als brauchbare Methoden. Man kann daher entweder so verfahren, dass man den Baryt durch doppelte Fällung mittels Ammoniumchromat abscheidet, Strontium und Calcium im Filtrat als Carbonate fällt, diese in Nitrate überführt und durch Alkohol trennt, oder in der Weise, dass man die Nitrate von Baryum und Strontium von Calciumnitrat abscheidet und jene nach der Chromatmethode trennt. Die Einzelheiten für die Verfahren sind aus den angeführten Referaten und aus *Zeitschr. f. analyt. Chem.* 29, 413 zu entnehmen.

Foerster.

**Analyse des Tabaks und seiner Fabrikate,** von V. Vedrödi (*Zeitschr. f. analyt. Chem.* 32, 277—296). Es werden die von

Kosutany und von Kissling zur Bestimmung des Ammoniaks und des Nicotins im Tabak angewandten Methoden mit einander verglichen, wobei sich herausstellte, dass jeder derselben nicht unerhebliche Fehlerquellen anhaften. Bei einer grossen Zahl von Analysen zeigt es sich jedoch, dass der Nicotingehalt eines Tabaks nicht in unmittelbarer Beziehung steht zu seiner Stärke bzw. seiner scharfen oder milden Beschaffenheit. Hinsichtlich der Einzelheiten der vorliegenden Arbeit muss auf das Original verwiesen werden.

Foerster.

**Aus dem Zinkpulver stammender Cadmiumspiegel bei der Untersuchung des Harns auf Quecksilber**, von St. Bondzyúski (*Zeitschr. f. analyt. Chem.* 32, 302—303). Wird nach der Vorschrift von E. Ludwig Harn zur Erkennung etwa vorhandenen Quecksilbers mit Zinkpulver behandelt, so kann bei dem nachherigen Glühen, durch welches die Austreibung des Quecksilbers geschehen soll, dadurch ein Irrthum entstehen, dass Cadmium aus dem Zink sich verflüchtigt und sich als Spiegel ähnlich dem Quecksilber niederschlägt. Man hat daher solche Spiegel stets weiter zu untersuchen oder überhaupt Zinkpulver zu vermeiden und Kupferblech oder Kupferspähne anzuwenden.

Foerster.

**Ueber eine neue Methode zum Nachweis von Baumwollsamönl in Schweinefett und Olivenöl und über die annähernde Schätzung des Gehalts an Baumwollsamönl im Schweinefett**, von F. Gantter (*Zeitschr. f. analyt. Chem.* 32, 303—308). Werden Schweinefett oder Olivenöl im 10fachen Volumen Petroleumäther gelöst und ein Tropfen concentrirter Schwefelsäure hinzugesetzt, so scheiden sich nach einiger Zeit rothgelbe, schwere Tropfen ab und die überstehende Flüssigkeit bleibt wasserhell. Wird Baumwollsamönl ähnlich behandelt, so färbt es sich sofort braun oder schwarz. Durch diese Reaction kann das letztere Oel im Schweinefett oder Olivenöl leicht erkannt werden. Ist der Gehalt dieser Fette an Baumwollsamönl beträchtlich, so kann man die Menge desselben auf Grund der Jodzahl des Fettgemisches annähernd schätzen (vergl. *diese Berichte* 26, Ref. 505).

Foerster.

**Ueber die Brauchbarkeit der Fluoresceïnreaction zum Nachweis von Saccharin im Bier**, von F. Gantter (*Zeitschr. f. analyt. Chem.* 32, 309—312). Hinsichtlich der Schärfe und Sicherheit der Börnstein'schen Fluoresceïnreaction auf Saccharin (*diese Berichte* 21, Ref. 488; 21, 3395 und 3396) wurden sehr befriedigende Resultate erhalten. Zur Erkennung des Saccharins im Bier lässt sich diese Reaction jedoch nicht verwenden, da die im Bier vorhandenen harzartigen Stoffe für sich schon bei Behandlung mit Resorcin und Schwefelsäure eine starke Fluoresceïnreaction geben. Um im Biere das Saccharin aufzufinden, muss man es von anderen Stoffen mög-

licht trennen, um es dann am zweckmässigsten an seiner überaus grossen Süssigkeit erkennen zu können. Ein hierfür geeignetes Verfahren wird vom Verf. beschrieben.

Foerster.

**Beiträge zur quantitativen Bestimmung der freien Salzsäure im Mageninhalt**, von L. Graffenberger (*Landwirthsch. Versuchsstat.* 39, 455—459). Die von Sjöqvist (*diese Berichte* 23, Ref. 507) angegebene Methode zur Bestimmung der freien Salzsäure im Mageninhalt ist in der von v. Jaksch vorgeschlagenen Abänderung (*diese Berichte* 22, Ref. 704) leicht ausführbar und giebt unter den verschiedensten Verhältnissen, bei Anwesenheit organischer Säuren, von Chloriden, Pepton, Pepsin oder Stärke gute Resultate; nur Eiweissstoffe lassen, wie bekannt, von anwesender freier Salzsäure etwas zu wenig finden.

Foerster.

**Ueber die Sjöqvist'sche Methode zur Bestimmung der freien Salzsäure im Magensaft**, von St. Bondzyński (*Zeitschr. f. analyt. Chem.* 32, 296—302). Die Sjöqvist'sche Methode zur Bestimmung der freien Salzsäure im Magensaft besteht bekanntlich darin, dass die Salzsäure durch Behandeln des Magensaftes mit Baryumcarbonat und Eindampfen und Glühen der ganzen Masse an Baryum gebunden, und alsdann im Reactionsproduct das entstandene Chlorbaryum bestimmt wird. Während Chlorbaryum für sich durchaus glühbeständig ist, ist es dies nicht mehr, wenn es bei Gegenwart von Eiweiss an der Luft erhitzt wird. Aus dem Schwefel und Phosphor des Eiweiss entstehen nämlich Schwefel- und Phosphorsäure und diese treiben einen Theil der Salzsäure aus. So kommt es, dass die Sjöqvist'sche Methode bei Gegenwart von Eiweiss keine genauen Resultate giebt, trotzdem, dass stets ein Ueberschuss an Baryumcarbonat vorhanden ist. Man kann jedoch auch in solchem Falle zu befriedigenden Resultaten gelangen, wenn man das Baryumcarbonat in äusserst innige Mischung mit dem zu untersuchenden Präparat bringt. Man erreicht dies, wenn man 25 ccm des Magensaftes auf Baryumacetat (aus 1 g  $\text{BaCO}_3$ ) giesst, mit Baryumcarbonat vermischt, eindampft und glüht, bis die schwarze, kohlige Masse grau geworden ist. Im wässrigen Auszug des Reactionsproductes bestimmt man das Chlorbaryum am besten gewichtsanalytisch (vergl. das vorhergeh. Ref.). Die Anwendung des essigsauren Baryums dürfte die Abscheidung der lose an Eiweiss, Peptone, Amidosäuren und ähnliche Körper gebundenen Salzsäure, neben der wirklich frei vorhandenen befördern; doch haben beide nach Ansicht des Verf. physiologisch den gleichen Werth.

Foerster.

**Ueber Milchfettbestimmungen mit dem Lactobutyrometer von Demichel**, von L. Graffenberger (*Landwirthsch. Versuchsstat.* 41, 43—54). Das von Demichel zumal hinsichtlich der Genauigkeit der Ablesung verbesserte Marchand'sche Lactobutyrometer



ermöglicht keine sehr genauen Einzelbestimmungen; doch kommen Mittelwerthe aus Reihen von solchen Einzelbestimmungen der Wahrheit ziemlich nahe. Bezüglich einiger Angaben über das Arbeiten mit dem Instrumente und über einige Abänderungsvorschläge an der vom Erfinder gegebenen Gebrauchsanweisung sei auf das Original verwiesen.

Foerster.

**Bestimmung des Salpeterstickstoffs**, von O. Böttcher (*Landwirthsch. Versuchsstat.* 41, 165—169). Zur Bestimmung des Salpeterstickstoffs wird so verfahren, dass etwa 0.5 g eines Salpeterpräparates in einem 400 ccm fassenden Destillationskolben des Kjeldahl'schen Apparates mit 120 ccm Wasser, 5 g ausgewaschenem Zinkstaub, 5 g Eisenpulver und 80 ccm Natronlauge von 32° R. versetzt werden. Man verbindet alsbald mit der Destillationsvorrichtung, nachdem man titrirte Säure vorgelegt hat, lässt 1—2 Stunden stehen, destillirt etwa 100 ccm ab und bestimmt das in die Vorlage übergegangene Ammoniak, welches allem vorhanden gewesenen Salpeterstickstoff entspricht. Die Methode giebt für reinen Salpeter, für käuflichen Chilisalpeter oder für salpeterhaltige Mischungen der verschiedensten Art gleich gute Resultate.

Foerster.

**Zur Bestimmung des Stickstoffs nach der Kjeldahl'schen Methode**, von O. Böttcher (*Landwirthsch. Versuchsstat.* 41, 170 bis 173). Unter den von Wilfarth zur Abkürzung der Zersetzungsdauer vorgeschlagenen Zusätzen bei der Kjeldahl'schen Stickstoffbestimmung bewirkt Quecksilber unter Umständen, z. B. bei stickstoffreichen, schwer zersetzlichen Substanzen, wie Harnmehl, Fischmehl u. A., eine vollständigere Umwandlung des Stickstoffs in Ammoniak, als es Kupfersulfat thut. Bei der nachherigen Destillation mit Natronlauge ist der bisher übliche Zusatz von Schwefelkalium und Zink zu entbehren; es genügt, 1.5 g Zinkstaub zur Flüssigkeit hinzuzufügen, um das entstandene Ammoniak schnell und vollständig abdestilliren zu können.

Foerster.

**Bericht über die Ergebnisse der nach der Citrat- und Molybdänsäuremethode von den Mitgliedern des Verbandes der Versuchsstationen im Deutschen Reiche und Vertretern der Phosphatindustrie ausgeführten Bestimmungen der löslichen Phosphorsäure**, von M. Maercker (*Landwirthsch. Versuchsstat.* 41, 329—373).

Foerster.

**Zur quantitativen Analyse durch Elektrolyse**, von A. Classen (*Zeitschr. f. anorgan. Chem.* 3, 404—406). Polemische Bemerkungen gegen Rüdorff (*diese Berichte* 26, Ref. 252), welche sachlich durchaus nichts Neues enthalten.

Foerster.

**Elektrolytische Trennungen**, von E. F. Smith und J. C. Saltar (*Zeitschr. f. anorgan. Chem.* 3, 415—420). Aus salpetersaurer Lösung, welche freie Säure enthält, ist durch einen Strom, welcher 3—4 ccm

Knallgas in der Minute liefert, eine Trennung von Kupfer und Wismuth nicht möglich, da letzteres sich theils mit dem Kupfer, theils an der Anode als Superoxyd niederschlägt. Der letztere Umstand ist auch der Grund dafür, dass in salpetersaurer Lösung eine Trennung von Blei und Wismuth durch den elektrischen Strom (2—2.4 ccm Knallgas in der Minute) nicht gelingt. Es muss bemerkt werden, dass die Erfahrungen der Verf. hinsichtlich der Trennung von Wismuth und Kupfer im Gegensatz stehen zu den bezüglichlichen Angaben von Classen (Analyse durch Elektrolyse, 3. Auflage, S. 123 und 144; doch vergl. auch S. 80). Zu wünschen wäre gewesen, dass die Verf. Angaben über die Dichte des bei ihren Versuchen angewandten Stromes gemacht hätten.

Foerster.

**Ueber die Trennung des Quecksilbers vom Wismuth auf elektrolytischem Wege**, von E. F. Smith und J. Bird Moyer (*Zeitschr. f. anorgan. Chem.* 4, 96—99). Classen giebt früher (*diese Berichte* 19, 325) an, dass in salpetersaurer Lösung eine Trennung von Wismuth und Quecksilber nicht möglich sei. Im Widerspruch hierzu empfiehlt er in seiner »Quantitativen Analyse durch Elektrolyse«, S. 147 (3. Aufl.) die Trennung von Quecksilber und Wismuth in salpetersaurer Lösung durch den Strom. Durch die Versuche der Verf., welche mit verschiedenen Mengen Quecksilber und Wismuth und mit Strömen von 0.2 bis 1.5 ccm Knallgas in der Minute angestellt wurden, wird die erstere der Angaben Classen's bestätigt.

Foerster.

**Ueber die Methoden zur quantitativen Bestimmung der Borsäure**, von A. Reischle, mitgetheilt von G. Krüss (*Zeitschr. f. anorgan. Chem.* 4, 111—116). Es sind einige der bisher vorgeschlagenen Methoden zur Bestimmung der Borsäure auf ihre Zuverlässigkeit untersucht worden. Die von Marignac angegebene Methode, die Borsäure durch Verdampfen mit Magnesiumchlorid und Ammoniumchlorid in basisches Magnesiumborat zu verwandeln, giebt, wie auch Krüss und Moraht schon fanden (*diese Berichte* 24, Ref. 8), keine brauchbaren Resultate; hingegen führt das Rose'sche Verfahren bei Innehaltung gewisser Vorsichtsmaassregeln zu annähernd stimmenden Ergebnissen (vergl. hierzu *diese Berichte* 23, 736). Mittels der Gooch'schen Methode (*diese Berichte* 20, Ref. 118) wurde stets zu wenig Borsäure gefunden; es zeigte sich nämlich, dass auch nach zwölfmaliger Destillation mit Methylalkohol noch nicht alle Borsäure verflüchtigt war. Als Absorptionsmittel für die zu wägende Borsäure diente Kalk, dessen hygroskopische Eigenschaften ihn jedoch für den genannten Zweck als wenig geeignet erscheinen liessen; die von Rosenblatt vorgeschlagene Magnesia (*diese Berichte* 20, Ref. 397), sowie die von Hehner als Absorptionsmittel für Borsäure vorgeschlagenen Körper (*diese Berichte* 24, Ref. 802) wurden nicht unter-

sucht. Vergl. über die Gooch'sche Methode auch die kurzlich erschienene Arbeit von Moissan (*diese Berichte* 26, Ref. 503). Von den maassanalytischen Methoden zur Bestimmung der Borsäure wurde nur diejenige von Parmentier (*diese Berichte* 24, Ref. 802), und zwar mit unbefriedigendem Resultat, geprüft; andere Vorschläge für die maassanalytische Borsäurebestimmung siehe *diese Berichte* 21, Ref. 146 und 545, 22, Ref. 69. Auch die Wägung der Borsäure in Gestalt von Borfluorkalium führte zu ungünstigen Ergebnissen; es ergab sich schliesslich als das geeignetste Verfahren zur Bestimmung von Borsäure ein solches, bei welchem die Borsäure als Borfluorid verflüchtigt und ihrer Menge nach aus der dabei gefundenen Gewichts-differenz bestimmt wurde. Man arbeitete so, dass man das zu analysirende borsaure Salz mit überschüssigem, reinem Fluorammonium mischte, vorsichtig das Borfluorammonium verjagte und alsdann mit Schwefelsäure abrauchte. Dies Verfahren ist also stets dann zulässig, wenn die Borsäure an Basen gebunden ist, deren Sulfate glühbeständig sind.

Foerster.

---

## Bericht über Patente

von

Ulrich Sachse.

Berlin, 1. Juni 1893.

**Apparate.** L. Damaze in Paris. Messapparat für höhere Temperaturen. (D. P. 67331 vom 15. Mai 1891, Kl. 42.) Die Wirkungsweise des Apparates beruht auf der Thatsache, dass die durch Temperaturänderungen bewirkte Ausdehnung des Glimmers der Zusammenziehung des Steinguts gleich ist und umgekehrt, sobald nur gewisse Temperaturgrenzen nicht überschritten werden und die beiden Körper eine bestimmte Länge haben. Eine derartig aus einzelnen cylindrischen Stücken zusammengesetzte Säule wird in ein Metallrohr gebracht, das der zu messenden Temperatur ausgesetzt wird. Hierbei ändert sich die Länge der umschlossenen Säule nicht, während das Metallrohr bei steigender oder sinkender Temperatur sich verlängert bezw. verkürzt. Da nun Rohr und Säule an dem einen Ende mit einander verbunden sind, findet an ihrem anderen Ende eine Verschiebung statt, die in geeigneter Weise auf einen Zeiger übertragen wird.