

Zeichnung des Originals verständlich werden. Die Ermittlung des Harnstoffgehaltes geschieht in demselben durch Messung des entwickelten Stickstoffes.

Schertel.

Vegetation in Wasserstoffgas, von T. L. Phipson (*Chem. News.* 67, 303). In einer Atmosphäre von reiner Kohlensäure dauerten Pflanzen mehrere Tage oder Wochen aus, jedoch ohne Wachsthum. Als die Pflanzen (*Convolvulus arvensis*, *Antirrhinum majus*) in eine Atmosphäre von reinem Wasserstoff gebracht wurden, — die Wurzeln standen in Wasser, welches mit Kohlensäure beladen war — verminderte sich das Gasvolum im Laufe einiger Wochen bis auf 20 pCt. Auch diese bestanden nicht mehr aus Wasserstoff. Die Pflanzen waren gesund geblieben, nur etwas gebleicht. Verf. glaubt, dass der aus den Blättern freigewordene Sauerstoff den Wasserstoff oxydirt habe.

Schertel.

Die Bewegung des Phosphors in dem Mineralreiche, Pflanzen- und Thierreiche und die biologische Function der Lecithine, von W. Maxwell (*Americ. Chem. Journ.* 15, 185—195). In einer früheren Arbeit (*diese Berichte* 25, Ref. 126) wurde gezeigt, dass die Pflanze den im Samen vorhandenen unorganischen Phosphor in Lecithine umwandelt. Die Untersuchung des Hühnereies im Verlaufe der Bebrütung zeigte, dass, während im frischen Ei 58.5 pCt. des Phosphorsäuregehaltes in Form von Lecithinen vorhanden sind, nach 12tägiger Bebrütung 37.1 pCt., nach 17tägiger 43.0 pCt., im reifen Küchlein 27 pCt. als Lecithine vorkommen. Diese Verhältnisse sind im Einklange mit den Ergebnissen von Hoppe-Seyler. Es wird daraus geschlossen, dass der Organismus nicht nur im Stande ist, die Phosphorsäure der Lecithine zur Bildung von Knochensubstanz zu verwenden, sondern umgekehrt auch die Phosphorsäure der Knochen in Lecithine umzuwandeln, eine Folgerung, welche schon von Miescher in seinen Beiträgen zur Kenntniss vom Leben des Rheinlachs gezogen worden ist.

Schertel.

Analytische Chemie.

Ueber die Zuverlässigkeit der Phosphorsäurebestimmung als Magnesiumphosphat, insbesondere nach der Molybdatmethode. II., von H. Neubauer (*Zeitschr. f. anorgan. Chem.* 4, 251 bis 266). Wie schon mitgetheilt (*diese Berichte* 25, Ref. 916), enthält das bei Gegenwart überschüssiger Ammonsalze gefällte Magnesium-

ammoniumphosphat einen Ueberschuss von Phosphorsäure; entsteht es aber bei Gegenwart von überschüssigem Magnesiumchlorid aus ammoniakalischer Lösung, so enthält das Salz stets zu viel Magnesia; nur, wenn ein Ueberschuss an Ammoniak bei der Fällung sorgfältig vermieden wird, erhält man, vorausgesetzt, dass Magnesiumsalz im Ueberschuss angewandt wird, einen Niederschlag, dessen Zusammensetzung genau der Formel $MgNH_4PO_4$ entspricht. Die Bedingungen aber, unter denen man hierzu gelangt, sind so schwer innezuhalten, dass man praktisch zu einem reinen Salz niemals gelangen wird, und es daher für genaue Phosphorsäurebestimmungen nöthig wird, eine Correction anzubringen. Auch die Citratmethode giebt im Allgemeinen keine ganz genauen Resultate; gelegentlich mit ihrer Hilfe gefundene scharfe Zahlen (vergl. *diese Berichte* 26, Ref. 335) sind nur scheinbar genau, da der Niederschlag stets zu viel Magnesia enthält, das Ammoniumcitrat aber kleine Mengen der Phosphorsäure am Ausfallen hindert. Es wird nun eine genaue Vorschrift angegeben, nach welcher man das Magnesiumammoniumphosphat fällen soll, und eine graphische Darstellung gestattet, alsdann für jede so erhaltene Menge von Magnesiumpyrophosphat das zugehörige Correctionsglied zu finden. Die Genauigkeit der nach dieser Methode ausgeführten Phosphorsäurebestimmungen ist eine recht grosse. Es wird auch hier, wie üblich, die Phosphorsäure zunächst mit Molybdänlösung gefällt und in der ammoniakalischen Lösung des phosphormolybdänsauren Ammoniums alsdann der Niederschlag des Magnesiumammoniumphosphates hervorgerufen.

Foerster.

Neue Methode zur quantitativen Bestimmung des Kohlenstoffs in Eisen und Stahl, von O. Pettersson und A. Smitt (*Zeitschr. f. anorgan. Chem.* 4, 305—309 und *Zeitschr. f. analyt. Chem.* 32, 385—403). Das zu untersuchende Eisen wird in Blattform oder in Spähnen mit schmelzendem Kaliumbisulfat aufgeschlossen (vergl. *diese Berichte* 23, 1401). Dabei bleibt der Graphit in Krystallblättchen zurück, während der gebundene Kohlenstoff fast ausschliesslich zu Kohlensäure oxydirt wird und nur zu einer sehr kleinen Menge in Kohlenwasserstoff übergeht. Die entstehenden gasförmigen Reactionproducte werden durch einen kohlenstofffreien Luftstrom zunächst über Chromsäure, welche die als Reductionsproduct reichlich entstandene schweflige Säure zurückhält, und alsdann zur Verbrennung der kleinen Menge von Kohlenwasserstoffen über glühendes Kupferoxyd geleitet. Die Kohlensäure, welche nunmehr dem gesammten im Eisen vorhandenen, chemisch gebundenen Kohlenstoff entspricht, wird in Barytwasser aufgefangen, alsdann mit Salzsäure aus diesem vertrieben und im Pettersson'schen Apparat zur Kohlensäurebestimmung gemessen (*diese Berichte* 23, 1402). Die für die kleine aus den Reagentien stammende Kohlensäuremenge nöthige Correction wird für eine be-

stimmte Versuchsanordnung durch einige blinde Versuche leicht ermittelt.

Foerster.

Kritische Studien über Schwefelbestimmungsmethoden. II. von L. Marchlewski (*Zeitschr. f. analyt. Chem.* 23, 403—411). Bei der Fortsetzung seiner kritischen Untersuchungen über die zur Sulfid-schwefelbestimmung vorgeschlagenen Methoden (vergl. *diese Berichte* 26, Ref. 333) hat Verf. zunächst das von Gröger und später wieder von Treadwell (*diese Berichte* 24, 1937) angegebene Verfahren geprüft, bei welchem Schwefelkies durch Erhitzen mit Eisen in Eisenmonosulfid übergeführt wird, aus welchem alsdann Säuren den Schwefelwasserstoff vollständig austreiben. Wie aber schon Treadwell fand, wirkt das Eisen auch auf manche etwa anwesenden Sulfate reducierend ein. Hiergegen lieferte die neue Treadwell'sche »Zinnmethode« (*diese Berichte* 25, 2377) recht zufriedenstellende Resultate. Das gleiche gilt von der Sauer'schen Methode, bei welcher der Schwefel durch Verbrennung im Sauerstoffstrom und Auffangen der Verbrennungsproducte in einem oxydirenden Absorptionsmittel bestimmt wird; als solches wurde mit Vortheil die von Zulkowski vorgeschlagene alkalische Lösung von Kaliumhypobromit angewandt. Diese Methode ist jedoch immerhin umständlicher, als die Lunge'sche, welche zumal die gleichzeitige Ausführung mehrerer Bestimmungen gestattet. Von weiteren Methoden gab diejenige nach Föhr, bei welcher der Schwefelwasserstoff in ammoniakalischer Zinklösung aufgefangen, das gefällte Schwefelzink in der Lösung direct mit Eisenoxydsulfat zersetzt und das entstandene Eisenoxydulsulfat titirt wird, unbefriedigende Ergebnisse. Hinsichtlich der Methode von v. Klobukow konnte das abfällige Urtheil, welches C. Friedheim über dieselbe gefällt hat, bestätigt werden (vergl. *diese Berichte* 19, 1120).

Foerster.

Unterscheidung der Naturbutter vom Margarin, von F. Gantter (*Zeitschr. f. analyt. Chem.* 32, 411—413). Naturbutter lässt sich von Margarin nach der vom Verf. früher (*diese Berichte* 26, Ref. 509) angegebenen Schwefelsäuremethode unterscheiden, indem dabei Butterfett sich nur strohgelb bis rothgelb färbt, während das zur Herstellung von Margarin vorzugsweise angewandte Erdnussöl tiefbraun wird. Da die Jodzahl von Butterfett um den Werth 15, diejenige des Erdnussöls um 50 schwankt, so ist auch nach der Jodadditionsmethode (a. a. O. S. 505) nicht nur eine Erkennung, sondern auch eine Schätzung des gegenseitigen Mengenverhältnisses beider Fette in Gemische leicht auszuführen.

Foerster.

Neue volumetrische Methode zur Gehaltsbestimmung der Fowler'schen Lösung und des Brechweinsteins, von St. Györy (*Zeitschr. f. analyt. Chem.* 32, 415—421). Die Bestimmung des Gehaltes an arseniger Säure in der Fowler'schen Lösung oder des

Brechweinsteins an reinem Kaliumantimonyltartrat kann man leicht und genau in der Weise bewerkstelligen, dass man die genannten Substanzen bei Gegenwart von Salzsäure mit zehntelnormalem Kaliumbromat titriert. Der Oxydationsvorgang erfolgt dabei auf Grund der Gleichung: $\text{KBrO}_3 + 6\text{HCl} = \text{KCl} + 3\text{H}_2\text{O} + \text{Br} + 5\text{Cl}$, so dass also auf $3\text{As}_2\text{O}_3$ bzw. $3\text{Sb}_2\text{O}_3$ immer 2KBrO_3 verbraucht werden. Zur Erkennung des Endpunktes der Reaction fügt man einen Tropfen Methylorange hinzu, welches durch den geringsten Ueberschuss von Kaliumbromat, also von frei werdendem Brom, entfärbt wird. Bei der Analyse des Brechweinsteins verfährt man praktisch so, dass man auf 0.3 g desselben 25 ccm 10 proc. Salzsäure anwendet. Foerster.

Titerstellung von Säuren mittels Natriummetall, von E. Neitzel (*Zeitschr. f. analyt. Chem.* 32, 422—423.) Als bequem zur Titerstellung von Säuren empfiehlt der Verf., in einem Becherglase zunächst Petroleum abzuwägen, rasch ein blankes Stück Natriummetall einzutragen, darauf aufs neue zu wägen, alsdann das Natrium in Alkohol zu lösen und nun nach dieser Lösung von genau bekanntem Gehalt denjenigen der zu untersuchenden Säure zu bestimmen. Der durch Oxydation des Natriums vor dem Eintragen desselben in das Petroleum herbeigeführte Fehler ist bei Anwendung eines Stückes von 0.6—1.0 g Natrium so gut wie belanglos. Foerster.

Ueber eine Reitersicherung an analytischen Wagen, von A. K. Markl (*Zeitschr. f. analyt. Chem.* 32, 431—432). Die im Original durch Zeichnungen in ihrer Wirksamkeit erläuterte Einrichtung bezweckt, das Abspringen des Reiters beim Arbeiten mit der Wage zu verhindern. Foerster.

Ueber Kohlenstoffbestimmung im Stahl und über eine neue Methode derselben, von R. Lorenz (*Zeitschr. f. angew. Chem.* 1893, 313—324, 395—397 und 411—414). Von den bisherigen Methoden der Kohlenstoffbestimmung im Eisen, von denen die Chlormethode und die Kupferchloridchlorammoniummethode besprochen werden, giebt keine genügend sichere Resultate. Die erstere giebt zu niedrige Resultate, da ein kleiner Theil des Kohlenstoffs sich mit dem Chlor verflüchtigt, und die zweite Methode giebt deshalb fast immer keine ganz genauen Zahlen, weil die Aufschliessung erst nach mehreren, oft erst nach 10 und mehr Tagen beendet ist; lässt man den, übrigens stets chlorhaltigen, Kohlenstoffniederschlag aber zu lange mit dem Kupferchloridchlorammonium in Berührung, so gehen kleine Theile desselben in Lösung. Besonders ungenügende Resultate wurden mit der von Ullgren vorgeschlagenen Kupfersulfatmethode gewonnen. Der Verf. hat nach diesen Erfahrungen die Regnault'sche Methode zur Kohlenstoffbestimmung im Eisen so ausgebildet, dass sie ihm genaue Resultate gegeben hat. Dieselbe besteht bekanntlich in der

Verbrennung des Eisens im Sauerstoffstrom, welche jedoch erst bei Weissgluth eine vollständige ist; zweckmässig wird dieselbe bei Gegenwart von Bleichromat vorgenommen. Zur Erzielung des gewünschten Hitzegrades bedient sich der Verf. seines besonders für vorliegenden Zweck construirten Ofens (*diese Berichte* 26, Ref. 252). Die Hitze bei der Verbrennung ist so gross, dass ein Theil der Kohlensäure zu Kohlenoxyd sich dissociirt. Deshalb muss das entweichende Gas, ehe es in die Absorptionsapparate gelangt, über eine Schicht glühenden Kupferoxyds geleitet werden. Die nach dieser Methode erhaltenen Zahlen fielen stets, und zwar oft nicht unerheblich, höher aus, als die, welche nach den bisher üblichen Methoden erhalten wurden.

Foerster.

Zuverlässiger Destilliraufsatz, von L. L. de Koninck (*Zeitschr. f. angew. Chem.* 1893, 394). Der Destilliraufsatz soll besonders beim Abdestilliren von Ammoniak Verwendung finden, kann aber auch für fractionirte Destillation angewandt werden. Er ist durch Zeichnungen im Original erläutert.

Foerster

Vereinfachung am Kohlensäureapparat von Lunge und Marchlewski, von G. Lunge (*Zeitschr. f. angew. Chem.* 1893, 395). Für die meisten Zwecke genügt an dem Kohlensäureapparat von Lunge und Marchlewski (*diese Berichte* 24, Ref. 798) ein einfacheres und darum weniger zerbrechliches »Entwicklungskölbchen«, als früher beschrieben wurde.

Foerster.

Ergänzung der Lunge'schen Tabellen zur Reduction von Gasvolumen für verschiedene Drucke, von A. Lwoff (*Zeitschr. f. angew. Chem.* 1893, 443—445). Die Lunge'schen Tabellen zur Reduction von Gasvolumen, welche bei verschiedenen Temperaturen und Drucken gemessen sind, auf 0° und 760 mm Druck umfassen nur die Drucke bis 710 mm abwärts. Der Verf. hat eine Ergänzungstabelle berechnet, welche bis zu einem Druck von 680 mm herabreicht.

Foerster.

Quantitative Analyse, durch Elektrolyse, von F. Rüdorff (*Zeitschr. f. angew. Chem.* 1893, 450—453). Nachdem der Verf. die Angriffe Classen's, welche sich wesentlich gegen die von ihm empfohlene Benutzung Meidinger'scher Elemente bei der Elektrolyse richteten (*diese Berichte* 26, Ref. 252 und 511), zurückgewiesen hat, fährt er fort (vergl. *diese Berichte* 25, Ref. 595), die von ihm als brauchbar erkannten Methoden der Metalltrennungen auf elektrolytischem Wege genau zu beschreiben. Es wird die Trennung des Kupfers vom Kobalt, Zink, Eisen, Mangan und Blei besprochen. Dieselbe wurde theils in schwefelsaurer, theils in salpetersaurer Lösung vorgenommen; die von Classen vorgeschlagene, elektrolytische Trennung des Kupfers vom Kobalt in einer neutralen Lösung ihrer Kalium-

und Ammoniumoxalatdoppelsalze ergab keine befriedigenden Resultate. Hinsichtlich der Trennung des Wismuths vom Kupfer führten die Versuche des Verf. ebenso wie diejenigen von E. Smith (*diese Berichte* 26, Ref. 511) zu einem ungünstigen Urtheil über die Classen'sche Methode zur elektrolytischen Trennung jener beiden Metalle.

Foerster.

Ueber die Anwendung des Furfurols als Reagens zur Erkennung des Sesamöles in Oelmischungen, von V. Villavecchia und G. Fabris (*Zeitschr. f. angew. Chem.* 1893, 505—506). Nach Baudonin erkennt man Sesamöl daran, dass es nach dem Schütteln mit Salzsäure und Zucker der sich abscheidenden Flüssigkeit eine carmoisinrothe Farbe ertheilt. Wie Aehnliches wiederholt für andere Reactionen gefunden wurde (vergl. F. Mylius, *diese Berichte* 21, Ref. 33, v. Udransky, *diese Berichte* 22, Ref. 600), hat sich auch hier gezeigt, dass die genannte Farbreaction auf das durch Salzsäure aus Zucker erzeugte Furfurol zurückzuführen ist, welches bei der Baudonin'schen Reaction also zweckmässig den Zucker ersetzen wird. Es werden zwei Verfahren genau beschrieben, durch welche mittels Furfurol und Salzsäure in Oelgemischen sich noch weniger als 1 pCt. Sesamöl scharf nachweisen lässt.

Foerster.

Ueber Butteruntersuchung, von E. Spaeth (*Zeitschr. f. angew. Chem.* 1893, 513—515). Das vorgeschlagene Verfahren gestattet, mit einfachen Hilfsmitteln in derselben Butterprobe nach einander Wasser-, Fett- und Kochsalzgehalt zu bestimmen.

Foerster.

Ueber die Bestimmung des Kupfers auf volumetrischem Wege mit Schwefelnatrium, von A. Bornträger (*Zeitschr. f. angew. Chem.* 1893, 517—524). Es werden Angaben über die Ausführung der Titrirung von Kupferlösungen mit Natriumsulfid und besonders über die Schärfe der Erkennbarkeit der Endreaction gemacht, und die bei der Analyse verschiedener Kupferpräparate nach der genannten Methode gewonnenen Erfahrungen mitgetheilt. Auch neben Zink lässt sich Kupfer in ammoniakalischer Lösung sehr gut durch Titriren mit Natriumsulfid bestimmen, da Zinksulfid so lange, als noch Kupferlösung vorhanden ist, sich stets mit dieser zu Schwefelkupfer umsetzt. Zur Erkennung des Endpunktes der Kupferfällung bedient man sich in diesem Falle einer mit Essigsäure angesäuerten Ferrocyanalilösung. Wenn die Menge vorhandenen Zinks keine allzu grosse ist, stört das allmählich erst sich ausscheidende Ferrocyanzink die sofort auftretende Kupferreaction nicht merklich.

Foerster

Zum Nachweis des Ammoniaks mit Nessler'schem Reagens, von B. Neumann (*Chem. Ztg.* 17, 880). Entgegen der von de Koninck mitgetheilten Beobachtung (*diese Berichte* 26, Ref. 506) findet der Verf., dass Spuren von Ammoniak in wässrigem, wie in absolutem Alkohol deutlich von Nessler'schem Reagens angezeigt werden.

Foerster.

Stickstoffbestimmung in Nitraten, sowie eine einfache neue Modification zur Bestimmung des Gesamtstickstoffs in Gemischen von Nitraten mit organischen und anorganischen Stickstoffverbindungen, von V. Schenke (*Chem. Ztg.* 17, 977). Unter den zur Reduction des Salpeterstickstoffs zu Ammoniak vorgeschlagenen Methoden (vergl. *diese Berichte* 26, Ref. 511 und 556) giebt das zuerst von Ulsch (*diese Berichte* 24, Ref. 585) angegebene Verfahren, bei welchem Ferrum reductum als Reduktionsmittel angewandt wird, bei raschster Ausführung sehr befriedigende Ergebnisse, vorausgesetzt, dass die richtigen Concentrationsverhältnisse innegehalten werden. Zur Bemessung derselben dient die Angabe, dass man 0.5 g NaNO_3 , in 25 ccm Wasser gelöst, 4 g Ferrum reductum und 12 ccm Schwefelsäure vom spec. Gew. 1.35 anwenden soll; das Gemisch wird bei ziemlich lebhafter Gasentwicklung vorsichtig bis zum Sieden erhitzt. Die Reduction dauert 8—10 Minuten; dann macht man die Lösung alkalisch und destillirt das Ammoniak ab, was nach 20 Minuten vollendet ist. Man kann diese Methode auch mit der Kjeldahl'schen Stickstoffbestimmung verbinden und so zur Bestimmung des Gesamtstickstoffs in Gemischen von Nitraten und organischen und anorganischen Stickstoffverbindungen gelangen, ähnlich wie dies schon wiederholt angegeben ist. Die als Belege mitgetheilten Bestimmungen zeigen recht befriedigende Uebereinstimmung mit solchen, welche mit anerkannt guten Methoden ausgeführt waren.

Foerster

Ein neuer Schwefelwasserstoffapparat für analytische Laboratorien, von L. L. de Koninck (*Chem. Ztg.* 17, 1099). Der im Original durch eine Zeichnung erläuterte Apparat bezweckt besonders möglichst vollständige Ausnutzung der angewandten Säure.

Foerster.

Der nach dem de Koninck'schen Schwefelwasserstoffapparat umgeänderte Kipp'sche Apparat, von F. Meyer (*Chem. Ztg.* 17, 1242). Zeichnung im Original. Vergl. das vorhergehende Referat.

Foerster.

Zur Hübl'schen Jodadditionsmethode, von W. Fahrion (*Chem. Ztg.* 17, 1100). Die Hübl'sche Jodadditionsmethode giebt stets zu hohe Werthe, indem einerseits von dem Lösungsmittel der Sublimatjodlösung Jod verbraucht wird, und zwar von Aethylalkohol mehr als von Methylalkohol, und indem andererseits geringe Temperaturerhöhung oder Bestrahlung durch Sonnenlicht die Jodzahl erhöhen. Vergl. F. Gantter, *diese Berichte* 26, Ref. 505.

Foerster.

Chrombestimmung im Ferrochrom, von J. Spüller und S. Kalman (*Chem. Ztg.* 17, 880 und 1207). Zur Aufschliessung werden 0.35 g des sehr fein zerriebenen Ferrochroms mit 4 g Natriumsuperoxyd und 8 g Aetznatron in einem Silberschälchen sehr vorsichtig zum Schmelzen gebracht und alsdann eine Stunde lang darin unter-

halten. Man löst alsdann die Schmelze in Wasser, zerstört durch Zusatz von Natriumsuperoxyd mangansaures und eisensaures Natron, beseitigt durch einen Kohlensäurestrom in der Wärme den Ueberschuss von Natriumsuperoxyd und titirt nun in der Lösung die Chromsäure, indem man sie durch eine gemessene Menge von Eisenammonsulfat reducirt. Die so erhaltenen Resultate stimmten mit denen der Gewichtsanalyse gut überein. Vergl. auch Giorgis: Ueber Bestimmung des Chroms im Chromstahl (*diese Berichte* 26, Ref. 200 und 453), sowie W. Hempel: Ueber Anwendung von Natriumsuperoxyd in der Analyse (*diese Berichte* 26, Ref. 252).

Foerster.

Titration chlorhaltiger, alkalischer Laugen, von C. Ullmann (*Chem. Ztg.* 17, 1208). Zur Titration chlorhaltiger Laugen, wie solche bei der Elektrolyse von Kochsalz entstehen, eignet sich die Bernstein säure, da sie Kohlensäure und unterchlorige Säure, nicht aber Salzsäure auszutreiben vermag und gegen Chlor und unterchlorige Säure beständig ist. Man fügt zu der zu untersuchenden Lösung Bernstein säure im Ueberschuss, treibt die unterchlorige Säure durch Erhitzen aus und titirt unter Anwendung von Phenolphthaleïn den Ueberschuss der Bernsteinsäure zurück.

Foerster.

Ueber die Farbenreaction zwischen Phenylhydrazin und Lignin, von E. Nickel (*Chem. Ztg.* 17, 1209). Holz nimmt in Berührung mit einer Lösung von salzsaurem Phenylhydrazin eine gelbe Farbe an, welche durch verdünnte Salzsäure verstärkt wird und nach einiger Zeit alsdann in ziemlich reines Grün übergeht.

Foerster.

Die Farbenreaction des Hydrazinsulfats auf Lignin und einige Aldehyde, von E. Nickel (*Chem. Ztg.* 17, 1243). Hydrazinsulfat ist ein Reagens auf Lignin, indem es verschiedene Holzarten verschieden stark gelb färbt. Durch 20 procentige Salzsäure geht das Gelb in Orange über. Ebenso wie Lignin reagiren auch andere Aldehyde, z. B. Vanillin.

Foerster.

Eine neue Methode zur quantitativen Bestimmung des gelben (gewöhnlichen) Phosphors, von J. Tóth (*Chem. Ztg.* 17, 1244). Dieselbe besteht darin, dass man den gelben Phosphor mit Schwefelkohlenstoff der zu untersuchenden Substanz entzieht, die entstandene Lösung mit Silbernitratlösung schüttelt, und das dabei sich bildende Phosphorsilber mit Salpetersäure oxydirt und im Oxydationsproduct die Phosphorsäure bestimmt.

Foerster.

Neue Patentthonkühlschlangen, von A. Staub (*Chem. Ztg.* 17, 1270). Es ist erreicht worden, dass thönerne Kühlschlangen hergestellt wurden, welche in ihrer ganzen Länge gleiche Wandstärke besitzen.

Foerster.

Schnellwage mit Fernrohrablesung für analytische und physikalische Zwecke mit nur neun Secunden Schwingungsdauer

bei **Mittelbelastung**, von W. H. F. Kuhlmann (*Chem. Ztg.* 17, 1271). Die Wage ist so gearbeitet, dass die Centigramme noch mit dem Reiter bestimmt werden können, und dass in allen Belastungen einem mg Uebergewicht ein constanter Ausschlag von 2 mm entspricht. Mittels Fernrohr lassen sich die Bruchtheile des Milligramms dann bequem ablesen. Die Empfindlichkeit der Wage ist die gleiche, wie die anderer Analysenwagen. Doch ist diesen gegenüber ihre Schwingungsdauer auf die Hälfte reducirt.

Foerster.

Bestimmung der freien Säure in Lösungen von Oxydsalzen der Schwermetalle, von F. Hoffmann (*Chem. Ztg.* 17, 1318). Die vom Verf. vorgeschlagene Methode besteht darin, dass man der zu untersuchenden Salzlösung in möglichst geringem Ueberschuss Ferrocyankalium zusetzt; dann wird das vorhandene Salz eines Schwermetalls in Ferrocyanid umgesetzt und als solches gefällt, während vorhandene freie Säure Ferrocyanwasserstoff in äquivalenter Menge bildet, welcher alsdann in der Lösung unter Anwendung von Phenolphthaleïn als Indicator titrirt werden kann. Dieses Verfahren hat offenbar die freilich wohl nicht immer streng erfüllte Voraussetzung zur Grundlage, dass die ausfallenden Ferrocyanide genau die Zusammensetzung neutraler Salze haben. Die, namentlich bei Gegenwart von Oxydsalzen, gelegentlich mit Vortheil anwendbare Methode der Bestimmung auch sehr kleiner Mengen von freier Säure mit ätherischer Jodeosinsäure als Indicator (*diese Berichte* 24, 1487) scheint dem Verf. nicht bekannt zu sein.

Foerster.

Zur Schwefelbestimmung in regenerirter Gasreinigungsmasse, von F. Meyer (*Chem. Ztg.* 17, 1319). Die Bestimmung geschieht, indem die Gasreinigungsmasse in einem geeigneten Extractionsapparat mit Schwefelkohlenstoff ausgezogen wird, und der dadurch gelöste Schwefel mit rauchender Salpetersäure oxydirt und als Baryumsulfat bestimmt wird.

Foerster.

Ueber eine neue Methode zur quantitativen Bestimmung von Cäsium und zur Darstellung reiner Cäsium- und Rubidiumverbindungen, von H. L. Wells (*Zeitschr. f. anorgan. Chem.* 4, 341—345; *Amer. Journ. of Science* 46, 186—190). Die Methode beruht auf der Beobachtung, dass das Salz Cs_2PbCl_6 (vergl. ein Referat weiter oben) in einer mit Chlor gesättigten, salzsauren Lösung von Bleichlorid sehr schwer löslich ist, während das entsprechende Rubidiumsalz diese Eigenschaft in viel geringerem Grade besitzt. Hierdurch ist freilich eine genaue Bestimmung von Cäsium allein schon nicht möglich, und bei Gegenwart von Rubidium fallen stets erhebliche Mengen desselben mit dem Cäsium aus. Man gelangt dann aber indirect dadurch zu einer annähernden Bestimmung beider Alkalien, dass man zunächst das Gemisch der bei 100° getrockneten Bleitetra-

chloriddoppelsalze wägt und diese dann in die entsprechenden Alkalisulfate überführt und wieder wägt. Auf diese Weise kann man Cäsium bei Gegenwart aller Alkalimetalle näherungsweise bestimmen. Durch Vereinigung dieser Methode mit anderen Reinigungsverfahren (*diese Berichte* 26, 1019) gelangt man zu ziemlich weitgehend gereinigten Cäsium- und Rubidiumverbindungen. Foerster.

Die Haltbarkeit von Titerlösungen von Brechweinstein, von H. Grüner (*Amer. Journ. of Science* 46, 206—208). Brechweinsteinlösungen verändern mit der Zeit dadurch ihren Titer, dass Pilzvegetationen in ihnen einen Theil der Weinsäure aufbrauchen und in Folge dessen Antimonoxyd sich ausscheidet; eine Oxydation desselben kommt dabei nicht in Frage. Man macht die Lösungen auf Monate vollkommen haltbar, wenn man auf das Liter 20 bis 30 g überschüssige Weinsäure oder besser, zum Zweck der Sterilisirung, 1 ccm Salzsäure hinzusetzt. Da bei der Titration von Brechweinstein mit Jod zur Hervorbringung einer deutlichen Endreaction ein kleiner Ueberschuss von Jod immer gebraucht wird, stellt man die anzuwendende Jodlösung zweckmässig auf eine Brechweinsteinlösung von bekanntem Gehalt ein. Vergl. hierzu auch ein Referat weiter oben. Foerster.

Ueber die Bestimmung von Chloraten und Nitraten und von Nitriten und Nitraten in einer Operation, von Charlotte F. Roberts (*Amer. Journ. of Science* 46, 231—235). Nach der Methode von Gooch und Grüner (*diese Berichte* 25, Ref. 951) können Nitate mit Hilfe von salzsaurer Manganchlorürlösung bestimmt werden, indem folgende Reactionen vor sich gehen: $2 \text{KNO}_3 + 6 \text{MnCl}_2 + 8 \text{HCl} = 2 \text{KCl} + 2 \text{NO} + 3 \text{Mn}_2 \text{Cl}_6 + 4 \text{H}_2\text{O}$; $3 \text{Mn}_2 \text{Cl}_6 = 6 \text{MnCl}_2 + 3 \text{Cl}_2$. Man kann also sowohl aus dem entwickelten Stickoxyd, wie aus dem in Freiheit gesetzten Chlor die Menge des Nitrats bestimmen. Bei Gegenwart von Chloraten wird die Menge des abgeschiedenen Chlors zunehmen; die Differenz aus den dem gefundenen Stickoxyd entsprechenden Chlor und dem wirklich gefundenen ist auf vorhandenes Chlorat zurückzuführen. Sind Nitrit und Nitrat gleichzeitig vorhanden, so kann man aus der gefundenen Menge Stickoxyd und freien Chlors indirect die von beiden Salzen vorhandenen Mengen ermitteln. Die gewonnenen Ergebnisse sind keine ganz befriedigenden. Die Ausführung der Methode geschah stets in einer Kohlensäureatmosphäre; die Einschaltung einer Jodidkalilösung schliesst die Anwendung des Schulze-Tiemann'schen Apparates aus. Foerster.

Eine Methode zur quantitativen Trennung des Jods von Chlor und Brom, von D. S. Macnair (*Journ. chem. Soc.* 1893, 1, 1051—1054). Das gut ausgewaschene Gemisch von Chlor-, Brom- und Jodsilber wird in Gegenwart von möglichst wenig Wasser mit

etwa 2 g Kaliumbichromat und 15 ccm starker Schwefelsäure versetzt; das Gefäss mit einem Uhrglas bedeckt und auf dem Sandbad erhitzt, bis alles Wasser verkocht ist und weisse Dämpfe von Schwefeltrioxyd aufzusteigen beginnen. In diesem Stadium ist Chlor und Brom vollkommen verjagt, das Jod aber als Silberjodat vorhanden. Zu der vorsichtig mit heissem Wasser verdünnten Flüssigkeit (150—300 ccm) wird schweflige Säure gefügt, welche das in der Wärme in Lösung gebliebene Silberjodat als Silberjodid fällt; es wird dann noch einige Zeit erwärmt, nochmals schweflige Säure zugefügt, decantirt, das Silberjodid wiederholt mit ganz verdünnter Salpetersäure ausgekocht und in der bekannten Weise zur Wägung gebracht. Durch Bestimmung des in das Filtrat vom Jodsilber übergegangenen Silbers als Chlorid und der Summe von Chlor-, Brom- und Jodsilber in einer zweiten Portion Substanz lässt sich die Menge des Chlors und des Broms feststellen.

Schotten.

Ueber die Verwendung des Natriumsuperoxyds in der analytischen Chemie, von J. Clark (*Journ. chem. Soc.* 1893, 1, 1079—1083). Während Hempel (*diese Berichte* 25, Ref. 918) zur Oxydation des Schwefels in schwefelhaltigen Mineralien ein Gemisch von Natriumsuperoxyd und Natriumcarbonat vorschlägt, um die Heftigkeit der Reaction zu vermeiden, erhitzt der Verfasser Pyrite vorsichtig mit dem sechsfachen Gewicht von nur Natriumsuperoxyd in einem Platin- oder Nickeltiegel, der etwa zwei Zoll hoch über eine ganz kleine Bunsenflamme gestellt wird. Das Gemisch wird rothglühend und die Einwirkung ist binnen wenigen Minuten beendet, ohne dass ein Verspritzen eintritt. Durch Glühen mit Natriumsuperoxyd lassen sich auch Chromerze und chromhaltige Legirungen aufschliessen, event. unter Wiederholung des Processes mit den beim ersten Mal nicht aufgeschlossenen geringen Antheilen. Endlich hat Verf. das Verfahren der Trennung des Chroms von Eisen und Mangan und des Mangans von Zink, Nickel und Cobalt mit Natriumsuperoxyd auf unserem Wege bewährt gefunden.

Schotten.

Ueber die Bestimmung des Fluors in brennbaren Gasen, von M. Meslans (*Bull. soc. chim.* [3] 9, 109—111). Die gasförmigen, organischen Fluorverbindungen, welche in einer Glocke über Quecksilber gemessen worden sind, lässt man langsam durch ein Platinrohr in einen Glasballon zu Sauerstoff treten. Vor der Mündung des Platinrohres ist eine Platinspirale, welche durch den elektrischen Strom glühend gemacht ist und die sofortige Verbrennung bewirkt. In dem Ballon befindet sich titrirte Natronlauge, welche die Glaswände benetzt, sodass Absorption des gebildeten Fluorwasserstoffes ohne Anätzung des Glases erfolgt. Die überschüssige Natronlauge wird zurücktitrirt und daraus die Menge des absorbirten Fluorwasser-

stoffes berechnet. Will man das Fluor gewichtsanalytisch bestimmen, so ersetzt man die Natronlauge durch Kalkmilch. Schertel.

Ueber eine Reaction der Kupfersalze, von E. Lenoble (*Bull. soc. chim.* [3] 9, 137). Versetzt man die Lösung eines Kupfersalzes mit Kaliumquecksilberjodid, so erhält man einen lebhaft rothen Niederschlag, während die Lösung von ausgeschiedenem Jod braun wird. Das freie Jod lässt sich auf dem Filter durch Waschen mit Wasser entfernen, der glänzend rothe Rückstand aber ändert seine Farbe nicht in Berührung mit conc. Jodkaliumlösung. Seine Zusammensetzung ist vermuthlich $\text{Cu}_2\text{J}_2 + 2\text{HgJ}_2$. Der Niederschlag wird noch in Lösungen sichtbar, welche $\frac{1}{1000}$ Kupfer enthalten. Schertel.

Ueber die Bestimmung des Phosphors in Eisen und Stahl, von A. Carnot (*Bull. soc. chim.* [3] 9, 340—343). Siehe diese Berichte 26, Ref. 102. Schertel.

Ueber die Bestimmung des Phosphors in Ackererden, von A. Carnot (*Bull. soc. chim.* [3] 9, 343—346). 10 g der getrockneten Probe werden, wenn sie viel organische Substanz enthält, bei möglichst niedriger Temperatur geröstet, dann mit Wasser durchfeuchtet und mit Salpetersäure einige Stunden auf dem Wasserbade erwärmt, aber nicht eingetrocknet. Die Masse wird mit warmem Wasser behandelt und die filtrirte Lösung, nachdem man sie auf etwa 50 ccm eingeengt, mit 5 ccm conc. Salpetersäure und 0.5 g Chromsäure zur Zerstörung noch vorhandener organischer Substanz $\frac{1}{2}$ Stunde gekocht. Aus der Lösung fällt man nach Zusatz von 5 g Ammoniumnitrat die Phosphorsäure nach dem in der vorstehenden Abhandlung angegebenen Verfahren. Schertel.

Bestimmung der Rhodanwasserstoffsäure, der Cyanwasserstoff- und Chlorwasserstoffsäure, von P. L. Jumeau (*Bull. soc. chim.* [3] 9, 346—351). Rhodanwasserstoffsäure wird durch Kaliumpermanganat in Blausäure und Schwefelsäure umgewandelt. Man stellt die Permanganatlösung auf eine mit Schwefelsäure angesäuerte Lösung von Rhodanammonium ein, deren Gehalt durch Silberlösung scharf bestimmt worden ist. Verwendet man statt Schwefelsäure Salzsäure, so kann man durch Bestimmung der durch Oxydation gebildeten Schwefelsäure eine Controle üben. Hat man neben Rhodanwasserstoff noch Cyanwasserstoff oder Salzsäure zu bestimmen, so fällt man eine Portion mit Silbernitrat und ermittelt das Gewicht beider Silber-salze, in einer anderen titirt man den Schwefelcyanwasserstoff. Gilt es, die drei genannten Säuren zu bestimmen, so fällt man aus einem Theil der Lösung dieselben mit Silbernitrat und wägt den Niederschlag. Dann löst man denselben in Ammoniak, versetzt die Lösung mit Salzsäure, oxydirt mit Permanganat und ermittelt den Gehalt an

Rhodianwasserstoff aus der Menge der entstandenen Schwefelsäure. In einer anderen Portion bestimmt man den Stickstoffgehalt der Mischung nach Kjeldahl's Verfahren. Man erhält den gesammten Stickstoffgehalt der Cyanide als Ammoniak, wenn man den gewogenen Silberniederschlag, etwa 1 g, in einer Platinschale mit 15 ccm rauchender Schwefelsäure übergiesst, 0.750 g Quecksilber zufügt, auf die Schale einen Trichter von etwas geringerem Durchmesser setzt und bis nahe zum Siedepunkt der Säure erhitzt. Die Lösung erfolgt rasch. Nach dem Erkalten spült man den Trichter innen und aussen ab, bringt den Inhalt der Schale in einen Literkolben und verdünnt auf 300 ccm. Die saure Lösung versetzt man mit 85 ccm starker Natronlauge und 5 ccm Schwefelnatrium und destillirt, während man einen Wasserstoffstrom durch die Flüssigkeit leitet. Verf. hält es für nothwendig, durch eine zweite Destillation mit gleichen Mengen der angewandten Reagentien den Ammoniakgehalt derselben zu ermitteln und danach das Ergebniss zu corrigiren. — Will man das Chlor direct bestimmen, so wird zuerst in der Lösung die Rhodianwasserstoffsäure titirt, dann durch Kochen in Gegenwart von metallischem Zink die freigewordene Blausäure und diejenige der Cyanide verjagt und aus dem Rückstande das Chlor gefällt.

Schertel.

Ein neues Verfahren zum Nachweise der Alkaloide des Saccharins und der Salicylsäure, von Lindemann und Motten (*Bull. soc. chim.* [3] 9, 441—446). Nachweis der Alkaloide. Die zu prüfende Mischung, Flüssigkeit oder Brei, wird schwach alkalisch gemacht und auf einen Dialysator gebracht, wobei man als äussere Flüssigkeit Chloroform anwendet. Der Durchmesser der äusseren Schale mit flachem Boden soll etwa 200 mm sein und die Flüssigkeitsschichten nicht über 10 mm Dicke haben. Nach etwa 24 Stunden hat das Chloroform soviel von dem Alkaloide aufgenommen, als es dem bekannten Teilungsgesetze zufolge aufnehmen kann; man destillirt den grössten Teil des Chloroforms ab, verdunstet den Rest und prüft den Rückstand. — Nachweis von Saccharin in Bier. Das Bier wurde mit Schwefelsäure stark angesäuert und mit Aether 5—10 mm hoch überschichtet. Zum Nachweis des Saccharins im Rückstande dient der Geschmack und die Umwandlung in Salicylsäure. Wird der Geschmack durch Bitterstoffe oder Harz verdeckt, so lässt man den Rückstand etwa 5 Minuten in Berührung mit einigen ccm conc. kalter Schwefelsäure, verdünnt unter Abkühlung mit Wasser, filtrirt und schüttelt das Filtrat mit Aether aus. Nachdem der Aether verdunstet und der Rückstand neutral gemacht ist, wird der süsse Geschmack deutlich sein. Salicylsäure wird auf gleiche Weise aufgesucht wie Saccharin, statt des Aethers kann man auch Benzol verwenden.

Schertel.

Versuche über die Bestimmung des Morphiums im Opium, von Cannepin und Van Eijk (*Bull. soc. chim.* [3] 9, 437—441). Bei den üblichen Verfahren zur Bestimmung des Morphiumgehaltes einer Opiumsorte wird die Löslichkeit des Morphiums in der Flüssigkeit, aus welcher es durch Ammoniak gefällt worden, vernachlässigt. Es entgehen dadurch 0.7—1.7 g Morphium auf 100 g Opium der Bestimmung. Weitere Fehler werden verursacht durch die Löslichkeit des Morphiums in den Waschflüssigkeiten und durch unvollständige Erschöpfung des Opiums. Ausführliche Vorschriften, diese Fehler zu umgehen oder zu corrigiren, werden gegeben.

Schertel.

Volumetrische Bestimmung der Pyrophosphorsäure und der pyrophosphorsauren Alkalien, von G. Favrel (*Bull. soc. chim.* [3] 9, 446—448). Titriert man Pyrophosphorsäure mit Natronlösung unter Anwendung von Cochenille als Indicator, so verhält sie sich als einbasische Säure; benützt man lösliches Blau (C₄B von Poirrier) als Indicator, so erscheint sie als zweibasische Säure. Titriert man mit Kalk oder Strontian in Gegenwart von Phenolphthaleïn, so muss man zwei Aequivalente dieser Basen auf 1 Atom Pyrophosphorsäure geben, bis der Farbumschlag eintritt, von Baryt aber nur 1½ Aequivalente. — In der Lösung eines alkalischen Pyrophosphates lässt sich, wenn sie freies Alkali nicht enthält, die Pyrophosphorsäure bestimmen, indem man mit Cochenillelösung versetzt und mit $\frac{n}{10}$ Säurelösung titriert, bis die gelbe Färbung eintritt. Jeder Cubikcent. verbrauchter Säure entspricht dann 0.0089 g Pyrophosphorsäure. Ist freies Alkali und Alkalicarbonat zugegen, so kann man durch entsprechende Wahl der Indicatoren die Gesamtanalyse volumetrisch durchführen.

Schertel.

Volumetrische Bestimmung der Alkalien in den alkalischen Arseniten, von G. Favrel (*Bull. soc. chim.* [3] 9, 448—449). Freie arsenige Säure wirkt nicht auf Cochenille. Man kann also das in alkalischen Arseniten enthaltene Alkali mit Cochenille als Indicator bestimmen. Der Farbumschlag wird erst eintreten, wenn die genannte Menge der Basen gesättigt ist.

Schertel.

Bemerkungen zur Bestimmung des Titers der fixen und flüchtigen Säuren des Weines, von J. A. Muller (*Bull. soc. chim.* [3] 9, 592—593).

Ueber die Salze des Diamidophenols (1, 2, 4) und Triamidophenols (1, 2, 4, 6) mit organischen Säuren, von A. Lumiere und A. Seyewitz (*Bull. soc. chim.* [3] 9, 595—599). Oxalsaures Diamidophenol, (C₆H₈NO · C₂H₂O₄). Diamidophenol (1, 2, 4) wird durch eine wässrige Lösung von Oxalsäure langsam in ein

[57*]

weisses krystallisches, in Wasser fast unlösliches Pulver verwandelt. Dasselbe Salz fällt beim Vermischen der Lösungen von Diamidophenolchlorhydrat und neutralem Kaliumoxalat aus. Es löst sich in 2000 Th. kalten und 33 Th. kochenden Wassers. Von den Lösungen gewisser schwach alkalischer Salze, wie Natriumsulfit und Natriumacetat wird es reichlich aufgenommen. Die Lösung in dem erstgenannten Salze wirkt als energischer Entwickler latenter photographischer Bilder. — Dargestellt wurden noch pikrinsaures Diamidophenol, $C_6H_3N_2O(C_6H_3N_3O_7)_2$, und pikrinsaures Triamidophenol, $C_6H_9N_3O(C_6H_3N_3O_7)_3$.

Schertel.

Eine Fehlerquelle bei der Elementaranalyse organischer Substanzen, von G. St. Johnson (*Chem. News* 67, 99). Angesichts der Mittheilung G. Neumann's über den Wasserstoffgehalt der Kupferdrehspäne weist Verf. darauf hin, dass er bereits 1876 (*diese Berichte* 9, 75) und nochmals im Jahre 1879 (*Journ. chem. Soc.*) auf die Gegenwart von occludirtem Wasserstoff im Kupfer hingewiesen und gezeigt habe, dass mehrfache Oxydation und Reduction des Kupfers die Fähigkeit desselben, Wasserstoff aufzunehmen, vermindere, sowie dass Kupfer den Wasserstoff frei gebe, wenn es in einer Atmosphäre von Stickstoff geglüht wird, nicht aber beim Glühen im Vacuum. Schwefelfreies Kupfer occludirt weniger Wasserstoff als schwefelhaltiges.

Schertel.

Chrombestimmung im Chromstahl und Chromeisensteine, von J. Spüller und S. Kalman (*Chem. Ztg.* 1893, 1360). Die durch Auflösung des Chromstahls in verdünnter Schwefelsäure entstandenen Sulfate werden trocken mit Natriumhyperoxyd und Natriumhydroxyd geschmolzen und in der Lösung der Schmelze, nachdem mangansaures und eisensaures Natrium durch Natriumhyperoxyd und der Ueberschuss an diesem durch Kohlensäure zerstört sind, die Chromsäure durch Eisensalz titirt. Wegen der Einzelheiten der Ausführung sei auf das Original verwiesen.

Schertel.

Ueber die Bestimmung des Chroms im Stahl, von J. Clark (*Journ. Soc. Chem. Ind.* 12, 340—341). 2 bis 5 g des Chromstahls löst man in verdünnter Salzsäure und versetzt die Lösung, ohne vorher zu filtriren, mit Ammoniak, bis ein leichter bleibender Niederschlag entsteht. Darauf giebt man Natriumphosphat hinzu, mehr als zur Fällung des Chroms erforderlich erscheint und reichlich die doppelte Menge Natriumsulfit und kocht etwa 10 Minuten lang. Der Niederschlag wird filtrirt und nach dem Auswaschen bei möglichst niedriger Temperatur im Platintiegel calcinirt. Die geglühte Masse wird mit dem achtfachen Gewichte eines Gemenges von 3 Th. Soda und 2 Th. gebrannter Magnesia auf das Innigste gemischt und etwa eine halbe Stunde lang im Platintiegel über einer niedrigen Bunsenflamme erhitzt.

Der Tiegelinhalt wird dann mit Wasser ausgekocht, das unlösliche abfiltrirt und die Chromsäure mit Ammoniumferrosulfat titirt. Da leicht etwas Chromoxyd der Oxydation entgeht, so wird das Unge löste nochmals mit etwa der gleichen Menge der Sodamagnesiamischung geglüht, ausgezogen und titirt. — 2. Chrom kann aus seinen Lösungen auch als basisches Sulfit gefällt und durch Glühen in Chromoxyd verwandelt werden. Man löst 2–5 g Stahl in verdünnter Salzsäure, versetzt mit Natriumcarbonat bis zur Erscheinung eines bleibenden Niederschlages, welcher mit einem oder zwei Tropfen Salzsäure wieder gelöst wird, giebt Natriumsulfit nach und nach in kleinen Antheilen hinzu und kocht, bis kein Geruch nach schwefliger Säure mehr auftritt. Der Niederschlag wird, wie bei (1) angegeben, zu Chromsäure oxydirt.

Schertel.

Die Bestimmung von Gold und Silber in Antimon und Wismuth, von E. A. Smith (*Journ. Soc. Chem. Ind.* 12, 316–319). 30 g käufliches Antimon werden fein gepulvert, mit dem sechsfachen Gewichte Bleioxyd innig gemischt und in einem Thontiegel im Windofen bis zu ruhigem Flusse geschmolzen. Der Regulus wird auf dem Scherben zum grössten Theile verschlackt und zuletzt auf der Kapelle abgetrieben. Ist das Metall reich an Gold und Silber, so schmilzt man die Schlacke noch einmal mit etwas Bleioxyd und Kohlenpulver und behandelt das reducirte Metall, wie angegeben. — Statt Bleioxyd allein zur Oxydation des Antimons zu verwenden, ersetzt man mit Vortheil einen Theil desselben durch Salpeter. Man mischt 30 g Antimon mit 60 g Bleioxyd, 12 g Kalisalpeter und 12 g Soda bei dunkler Rothgluth und verfährt weiterhin wie oben. — Wismuth wird zur Bestimmung seines Gold- und Silbergehaltes abgetrieben wie Blei, nur wird die Temperatur niederer gehalten. (Dann wird sich empfehlen, gegen Ende noch Blei auf die Kapelle aufzusetzen, um ein rein abgeblicktes Korn zu erhalten.)

Schertel.

Neue Studien über Phenolphthaleïn als Indicator, von R. T. Thomson (*Journ. Soc. Chem. Ind.* 12, 432–433). Werden mässig starke Lösungen von Alkaliseife sowie der Alkalisalze von Borsäure, Kieselsäure, arseniger Säure mit titrirter Schwefelsäure versetzt, bis sie gegen Phenolphthaleïn neutral erscheinen, so wird durch Verdünnung mit Wasser die alkalische Reaction wieder hervorgerufen. Aehnliches tritt ein, wenn man eine mässig concentrirte Lösung von Ammoniumsulfat mit Phenolphthaleïn und Natriumhydroxyd versetzt, bis die rothe Färbung auftritt, und dann verdünnt. Die rothe Färbung verschwindet, und zu ihrer Wiederherstellung bedarf es einer nicht unbeträchtlichen Menge von Natronlösung. Durch das Wasser war Dissociation bewirkt worden; bei dem Ammoniumsulfat übte die freigewordene Säure, bei den drei zuerst genannten Salzen das Alkali stärkeren Einfluss, als die anderen Componenten der Salze.

Diese Erscheinungen lassen sich nur beobachten in solchen Fällen, in welchen die Endreaction von mangelhafter Schärfe ist. Im Gegensatz zu Wasser bewirkt Alkohol oder Glycerin in einer Seifenlösung Wiedervereinigung der Bestandtheile, wie die verblässende Röthung des Phenolphthaleins anzeigt. Gleiches findet bei der Borsäure statt. Eine wässrige Lösung derselben lässt sich mit scharfer Endreaction titriren, wenn sie mit 30 pCt. ihres Gewichtes Glycerin versetzt ist. Auch arsenige Säure, Kieselsäure und Ammoniumsulfat zeigen in Glycerinlösung stärkere Acidität als in rein wässriger. Stärkezucker und Saccharose wirken auf Borsäure ähnlich wie Glycerin. — Zur Bestimmung der Borsäure im käuflichen Borax löst man 1 g derselben in Wasser, versetzt mit Methylorange, gegen welches Borsäure neutral ist, und mit verdünnter Schwefelsäure, bis die rothe Farbe eben auftritt. Dann lässt man einige Zeit sieden zur Austreibung der Kohlensäure und giebt Normalschwefelsäure hinzu, bis die Färbung des Methylorange rein gelb ist; dann wird alle Borsäure im freien Zustande sich befinden. Man setzt nun soviel Glycerin zur Lösung, dass dieselbe nach der Titration mindestens 30 pCt. enthält, fügt ein wenig Phenolphthalein hinzu und titrirt mit $\frac{n}{5}$ Schwefelsäure bis zum Auftreten der rothen Färbung.

Schertel.

Eine Modification der Zinnchlorürmethode für Eisenbestimmungen, von R. W. Mahon (*Amer. Chem. Journ.* 15, 361—363). Wird einer Lösung von Eisenchlorid Quecksilberchlorid zugesetzt, so wird dieses durch Zinnchlorür erst dann zu Quecksilberchlorür reducirt, wenn alles Eisenchlorid zu Eisenchlorür geworden ist. Das Auftreten des weissen Niederschlages könnte dann als Zeichen der beendeten Reaction gelten. Da derselbe aber in stark saurer heisser Lösung nicht sogleich sichtbar wird, so fügt man einen Tropfen Platinchlorid hinzu, welches auch erst nach dem Eisenchlorid und gleichzeitig mit dem Quecksilberchlorid reducirt wird. Es erscheint dann eine leichte Wolke von Quecksilberchlorür, welche durch fein vertheiltes Quecksilber und Platin dunkel und sichtbar wird. Die Indicatorflüssigkeit soll im Liter 34 g Quecksilberchlorid und 0.05 g Platin enthalten; zu jedem Versuche werden 15 ccm derselben angewendet.

Schertel.