

Analytische Chemie.

Ueber den Nachweis des Aluminiums im qualitativen Gang, von G. Neumann (*Monatsh. f. Chem.* 15, 53—54). Die mit Baryumcarbonat erzeugte Fällung von Eisen-, Chrom- und Aluminiumoxyd wird mit Barytwasser gekocht, das Filtrat mit Salzsäure schwach angesäuert, heiss mit Schwefelsäure gefällt, filtrirt, event. concentrirt und dann mit Ammoniak überschichtet: eine weisse Zone zeigt Aluminium an.

Gabriel.

Ueber einige Laboratoriumsapparate, von A. Bidet (*Compt. rend.* 118, 478—481). Verf. beschreibt und erläutert durch Zeichnungen 1. einen heberartigen Niveauregulator für Wasserbäder, 2. ein Sieberrohr, welches gleichzeitig als Gasentbindungsrohr dient und das Herausschleudern von Flüssigkeit verhütet, 3. einen Kühler mit Innenkühlung, 4. einen Auswechsler für Kühler und 5. einen Wasserdampfüberhitzer.

Gabriel.

Bestimmung des Ammoniaks in den ammoniakhaltigen Gaswässern oder in einer Flüssigkeit, welche Sulfüre oder Cyanüre enthält, von E. Henry (*Bull. soc. chim.* [3] 9, 1018). Der ammoniakhaltigen Flüssigkeit, aus welcher durch Destillation mit einem Alkali das Ammoniak ausgetrieben und in eine Vorlage mit titrirter und durch Lakmus gefärbter Säure übergeleitet wird, setzt man basisches Bleiacetat zu, welches verhindert, dass beim Kochen aus den Sulfüren und Cyanüren Wasserstoffsäuren frei werden und in die Vorlage übergehend die Endreaction beim Titriren beeinträchtigen.

Schertel.

Automatische Bürette, von Guichard (*Bull. soc. chim.* [3] 11, 4). Die hier beschriebene Combination von Vorrathsgefäss und Bürette wird durch die Zeichnung des Originalen am leichtesten verständlich.

Schertel.

Unterschwefligsaures Natrium als Urmaass der Jodometrie, von C. Meineke (*Chem. - Ztg.* 1894, 33). Um ein Präparat von richtigem und constantem Titer zu erhalten, wird ein von fremden Beimengungen möglichst freies Salz mit 96 procentigem Alkohol zerrieben, auf dem Trichter abgesaugt, mit absolutem Alkohol und dann mit Aether ausgewaschen und zwischen Fliesspapier getrocknet. Solch ein unterschwefligsaures Natron, welches durch Alkohol von überschüssigem Wasser befreit ist, zeigte während fünf Jahre einen Gehalt von 99.90—99.94 pCt. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 + 5\text{H}_2\text{O}$. Seine Verwendbarkeit als Urmaass ohne vorhergehende jodometrische Prüfung ist ausschliesslich dadurch bedingt, dass das käufliche Salz frei ist von fremden Salzen. Bei der qualitativen Prüfung auf solche ist zu beachten, dass grössere Mengen erst dann als frei von Schwefelsäure gelten dürfen,

wenn sie nach der Oxydation durch Jod keine Fällung mit Chlorbaryum geben. (Vergl. Fresenius, *Zeitschr. f. analyt. Chem.* 30, 460 und Salzer, *diese Berichte* 25, Ref. 874.) Schertel.

Zur Bestimmung des Salpeterstickstoffes mittels des Nitrometers, von E. Henry (*Bull. soc. chim.* [3] 11, 24—27.) Schertel.

Ein Versuch, den Kohlenstoff, Stickstoff und Wasserstoff gleichzeitig zu bestimmen, von H. Malfatti (*Zeitschr. f. analyt. Chem.* 32, 754—761). Verf. hat das von P. Jannasch und V. Meyer zum Zweck der gleichzeitigen Bestimmung von Kohlenstoff, Wasserstoff und Stickstoff angegebene Verfahren (*diese Berichte* 19, Ref. 710) in mehreren Punkten abgeändert. Diese Neuerungen bestehen im Wesentlichen darin, dass der nöthige Sauerstoff von aussen in das Verbrennungsrohr eingeleitet wird, und an Stelle der Chromchlorürlösung, welche in dem aus dem Kaliapparat entweichenden Gemisch von Sauerstoff und Stickstoff den ersteren absorbiren sollte, ein Rohr angewandt wird, welches glühendes metallisches Kupfer in einer Kohlen säureatmosphäre enthält. Die Gründe, welche den Verf. zu diesen durchaus keine Vereinfachung bedeutenden Abänderungen des älteren Verfahrens bewogen haben, werden nicht angegeben. Die Ergebnisse der wenigen mitgetheilten Beleganalysen, welche allerdings nur als vorläufige bezeichnet werden, sind zudem keine befriedigenden.

Foerster.

Ueber den Nachweis von Nitriten im Harn, von A. Jolles (*Zeitschr. f. analyt. Chem.* 32, 762—766). Da sowohl normale wie pathologische Bestandtheile des Harns Jod absorbiren, so ist die Reaction mit Jodkaliumstärkekleister zur Auffindung von kleinen Mengen salpetriger Säure im Harn nicht geeignet. Statt ihrer wendet man mit Erfolg die Reaction mit Sulfanilsäure und α -Naphthylamin oder die Schäffer'sche Reaction an, nachdem man zuvor den zu untersuchenden Harn mit Thierkohle entfärbt hat; mit Hülfe der ersteren konnten noch 0.032 mg N_2O_3 , mittels der letzteren 0.045 mg N_2O_3 in 100 ccm Harn aufgefunden werden. Die von Deventer (*diese Berichte* 26, 589) zum Zweck der quantitativen Bestimmung der salpetrigen Säure vorgeschlagene Umformung der Schäffer'schen Reaction gab dem Verf. bei der Harnuntersuchung keine befriedigenden Ergebnisse; zur quantitativen Bestimmung von Nitriten im Harn ist zur Zeit allein das nur annähernd genaue Ergebnisse liefernde colorimetrische Verfahren von Trommsdorff anwendbar; es muss aber möglichst rasch ausgeführt werden, da die an der Jodabsorption theilnehmenden Harnbestandtheile besonders bei längerer Einwirkung ihren störenden Einfluss ausüben.

Foerster.

Ueber die quantitative Bestimmung und Trennung der Cacao-Alkaloide, von W. E. Kunze (*Zeitschr. f. analyt. Chem.* 33, 1—29). Nach eingehender Sichtung der bisher zur Bestimmung des Theo-

bromins im Cacao vorgeschlagenen Verfahren kommt Verf. zu dem Schlusse, dass die meisten derselben recht unzuverlässig seien, und überhaupt keines dieser Verfahren ein nach allen Richtungen genügend sorgfältig durchgearbeitetes sei, zumal bisher auf eine Bestimmung des Coffeïns im Cacao niemals Werth gelegt wurde. Es ist daher folgendes neue Verfahren ausgearbeitet worden: 10 g Cacao werden ohne vorhergehende Entfettung, mit etwa 150 ccm 5procentiger Schwefelsäure 20 Minuten gekocht, die Flüssigkeit wird abfiltrirt und der Rückstand mit kochendem Wasser gewaschen. Das Filtrat wird mit einem grossen Ueberschuss von Phosphormolybdänsäure gefällt und der Niederschlag mit viel etwa 5procentiger Schwefelsäure ausgewaschen, worauf man ihn im Becherglase mit Barytwasser übergiesst und bis zur Abscheidung des Baryts Kohlensäure in die Flüssigkeit leitet. Man dampft ein, trocknet und erschöpft den dabei erhaltenen Rückstand mit Chloroform. Nach dem Abdestilliren desselben hinterbleiben die gesammten Alkaloïde des untersuchten Cacaos und werden gewogen. Zu ihrer Trennung dient der Umstand, dass Theobromin eine Silberverbindung zu geben vermag, während das vollständig methyirte Coffeïn dazu nicht im Stande ist. Man löst die beiden Basen in ammoniakalischem Wasser, kocht mit überschüssiger Silbernitratlösung möglichst weit ein und wägt das ausgeschiedene Theobrominsilber auf gewogenem Filter oder bestimmt, wenn man eine bekannte Silbermenge zugesetzt hat, den im Filtrat vorhandenen Ueberschuss derselben nach Volhard. Der so ermittelte Gehalt an Theobromin wird von der Menge der Gesamtalkaloïde abgezogen; der Rest ist das Coffeïn. Die zur Ermittlung der Brauchbarkeit dieses Verfahrens vorgenommenen Bestimmungen gaben befriedigende Resultate.

Foerster.

Beitrag zur quantitativen Bestimmung des Cyanwasserstoffes, von G. Gregor (*Zeitschr. f. analyt. Chem.* 33, 30—45). Da Cyansilber in warmem Wasser, sowie in mässig concentrirter Salpetersäure oder Silbernitratlösung nicht unbeträchtlich löslich ist, hat man bei der gewichtsanalytischen Bestimmung des Cyanwasserstoffes darauf zu achten, dass diese in stark verdünnter, nur eben salpetersaurer Lösung mit nicht zu grossem Ueberschuss an Silbernitrat bei gewöhnlicher Temperatur ausgeführt wird. Geschieht dies, so ist die gewichtsanalytische Bestimmung der Blausäure einwandfrei. In den Ergebnissen stimmt mit ihr unter den zur titrimetrischen Bestimmung des Cyanwasserstoffes vorgeschlagenen Verfahren allein dasjenige nach Volhard genügend überein, und ist daher unter jenen als das zuverlässigste zu bezeichnen. Bei der Bestimmung des Cyanwasserstoffes in den officinellen Bittermandel- bzw. Kirschchlorbeerwassern versetzt man diese zunächst mit Ammoniak und alsdann ohne Zeitverlust mit $\frac{1}{10}$ -Normalsilbernitratlösung in geringem Ueberschuss

und säuert schliesslich mit Salpetersäure schwach an; man filtrirt das ausgeschiedene Cyanid ab und wägt entweder das beim Glühen desselben hinterbleibende Silber oder ermittelt im Filtrat den Ueberschuss an Silbernitrat, wobei übrigens die etwaige Anwesenheit von Alkohol nicht stört. Behandelt man das Bittermandelwasser zunächst mit Silbernitrat und dann mit Ammoniak, oder zögert man nach voraufgehendem Ammoniakzusatz mit dem Hinzufügen der Silberlösung, so erhält man, wie Schmidt schon angegeben hat, ungenaue Ergebnisse. (*Pharmac. Chem.*, Band II, 2. Aufl. 624 und 625.) Foerster.

Ueber eine einfache Methode für den Nachweis und die annähernde Bestimmung von Sand in Futtermitteln, Mehlen u. dergl., von A. Emmerling (*Zeitschr. f. analyt. Chem.* 33, 46—48). Eine Zinksulfatlösung vom spec. Gew. 1.43 (aus 1 kg kristallisirten Salzes und 725 g Wassers) wird mit Wasser vorsichtig überschichtet und das auf Sand zu untersuchende Futtermittel, Mehl oder dergl. in der Wasserschicht aufgerührt; nur der beigemischte Sand sinkt dann in der Zinksulfatlösung unter und kann in einem zu diesem Zweck zusammengestellten, einfachen Gefässe näherungsweise seiner Menge nach bestimmt werden. Foerster.

Eine leicht und rasch ausführbare Methode zur Bestimmung des Harnstoffs, beruhend auf der Zerlegung desselben durch Millon's Reagens, von E. Riegler (*Zeitschr. f. analyt. Chem.* 33, 49—53). Es wird zur Bestimmung des Harnstoffes die Thatsache benutzt, dass dieser durch Millon's Reagens in Kohlensäure und Stickstoff zerlegt wird, und das Gesamtvolumen der so entwickelten, über Wasser (!) aufgefangenen Gase gemessen. Foerster.

Zur Frage über den Fluorgehalt der Knochen und Zähne, von S. Gabriel (*Zeitschr. f. analyt. Chem.* 33, 53—54). Gegenüber dem Befunde von E. Wrampelmeyer (*diese Berichte* 26, Ref. 947) hält Verf. seine Angabe (*diese Berichte* 26, Ref. 158 und 817) aufrecht, dass der Fluorgehalt der Knochen und Zähne ein nur ganz geringfügiger sei. Foerster.

Reaction, um die Anwesenheit freien Schwefels zu erkennen, von J. C. Gil (*Zeitschr. f. analyt. Chem.* 33, 54—55). Fügt man zu starkem, kochendem Alkohol ein wenig eines Persulfides von Kalium, Natrium, Ammonium oder Calcium, so färbt sich je nach dessen Menge der Alkohol schwach himmelblau bis stark blaugrün. Diese Erscheinung verschwindet beim Erkalten des Alkohols, tritt aber beim Erhitzen wieder auf, wenn man den Alkohol vor der Einwirkung der Luft schützt; sie wird von Monosulfiden nicht hervorgerufen. Da sehr kleine Mengen von Persulfid genügen, um die genannte Färbung zu erzeugen, so kann diese als gutes Erkennungsmittel für freien Schwefel dienen. Man erhitzt den zu untersuchenden Stoff zu dem

Zwecke mit schwach alkalisch gemachtem Alkohol. Durch Selen, Tellur oder gebundenen Schwefel wird die Färbung nicht erzeugt.

Foerster.

Darstellung von reinem Kaliumjodat zur Titerstellung, von M. Gröger (*Zeitschr. f. angew. Chem.* 1894, 13). 20 g Jodkalium werden in wenig Wasser gelöst und mit einer Lösung von 40 g Kaliumpermanganat in 1 L Wasser 20—30 Minuten in der Hitze behandelt, worauf das überschüssige Permanganat mit Alkohol zerstört und die alsdann filtrirte und mit Essigsäure angesäuerte Lösung bis auf etwa 50 ccm eingedampft wird. Die ausgeschiedenen Krystalle von Kaliumjodat werden mit Alkohol gewaschen und sind nach dem Trocknen zur Titerstellung von Thiosulfat oder Säure geeignet (vergl. *diese Berichte* 23, Ref. 704).

Foerster.

Ueber das Verhältniss zwischen Glycerin und Alkohol in Naturweinen, von A. Bornträger (*Zeitschr. f. angew. Chem.* 1894, 13). Verf. spricht sich, wie es auch von anderer Seite schon geschehen ist, dafür aus, dass statt dem vom Reichsgesundheitsamte zu 7 : 100 festgesetzten Mindestverhältniss von Alkohol und Glycerin in Naturweinen das Verhältniss 6 : 100 angenommen würde.

Foerster.

Ueber die Bestimmung des Indigotins im Indigo, von E. Donath und R. Strasser (*Zeitschr. f. angew. Chem.* 1894, 11—13 und 47—50). Nach Besprechung der bisher zur Bestimmung des Indigotins vorgeschlagenen Verfahren heben Verf. dasjenige von Voeller als das geeignetste hervor; anstatt aber den Indigotingehalt durch eine Stickstoffbestimmung zu ermitteln, verfahren sie einfacher und genauer in der Weise, dass sie das Indigotin in Schwefelsäure lösen und alsdann mit Permanganat titiren. Hierbei ist es nur nöthig, aus dem rohen Indigo den Indigoleim und das Indigoroth zu entfernen, während Indigobraun ohne nennenswerthe Einwirkung auf verdünnte Kaliumpermanganatlösung ist. Die Ausführung des Verfahrens gestaltet sich so, dass man die sehr fein zerriebene Indigoprobe mit Bimsteinsand mischt und auf eine Asbestunterlage in einen Soxhlet-Szombathyschen Extractionsapparat einträgt, und darin zunächst zur Entfernung des Indigoleims mit verdünnter Salzsäure und alsdann zur Beseitigung des Indigoroths mit Alkohol-Aether (4 : 1) auszieht. Alsdann sulfonirt man das Indigotin, indem man es im Extractionsrohr, dessen Abschlussrohr verschlossen wird, in ein im Original durch eine Zeichnung erläutertes, sehr einfaches Luftbad hängt und darin $1\frac{1}{2}$ bis 2 Stunden mit concentrirter Schwefelsäure auf 80° erhitzt. Man löst nun in Wasser und titirt mit Permanganat. Die dabei angewandte Lösung desselben wird auf reines Indigotin eingestellt, wobei man in Anwesenheit der gleichen Schwefelsäuremengen und unter gleichen Verdünnungsverhältnissen arbeitet, wie sie bei dem beschriebenen analytischen Verfahren zur Anwendung gelangen.

Foerster.

Bestimmung von Jod neben Brom und Chlor, von M. Gröger (*Zeitschr. f. angew. Chem.* 1894, 52—54). Wenn man eine wässrige, die Alkaliverbindungen von Chlor, Brom und Jod enthaltende Lösung mit Permanganat titirt, so werden bekanntlich nur die Jodide, und zwar zu Jodaten, oxydirt, und es ist am einfachsten und zuverlässigsten, die letzteren im Filtrat von den Manganoxiden jodometrisch zu bestimmen. Die angeführten analytischen Belege zeigen, dass dieses Verfahren sehr genau ist. Sind die Halogene an Ammonium gebunden, so muss dieses vor der Behandlung der Lösung mit Permanganat durch Kali oder Natron ausgetrieben werden. Foerster.

Nochmals über die Anwendung des Weinstein für die Stellung der Normallaugen, von A. Bornträger (*Zeitschr. f. angew. Chem.* 1894, 54—55). Gegen die vom Verf. vorgeschlagene (*diese Berichte* 25, Ref. 594) Anwendung von Kaliumbitartrat als Urtiter-substanz für Laugen sind mehrfach Einwände dahingehend erhoben worden, dass die Darstellung des vollkommen reinen Salzes nur schwierig zu erreichen sei. Dagegen ergaben die Erfahrungen des Verf., dass, wenn Kaliumbitartrat zunächst aus ganz verdünnter Salzsäure und dann mehrmals aus Wasser umkristallisirt wird, seine Reinheit durchaus gewährleistet werden könne, sodass also kein Bedenken vorliegt, ihm auf Grund seiner grossen Unveränderlichkeit vor den anderen zur Titerstellung von Laugen vorgeschlagenen Verbindungen den Vorzug zu geben. Foerster.

Nochmals zur Alkoholbestimmung im Weine durch Destillation und Ermittlung der Dichte des Destillates, von A. Bornträger (*Zeitschr. f. angew. Chem.* 1894, 108—111). Bei gesunden Weinen ist es, wie die mitgetheilten Versuchsreihen zeigen, nicht nöthig, dass man sie neutralisirt, bevor man sie zum Zweck der Alkoholbestimmung destillirt. Das Gleiche ist auch für essigstichige Weine der Fall, wenn der Gehalt an Essigsäure 0.4 v. H. nicht übersteigt. Diese Erfahrung gilt vorläufig nur für einen Destillirapparat von denjenigen Abmessungen, wie ihn Verf. angewendet und in der vorliegenden Abhandlung näher angegeben hat. Foerster.

Ueber die Löslichkeit von Bleisalzen in Zuckerlösungen und eine Modification der Zuckerbestimmung in Süssweinen, von J. Stern und P. Hirsch (*Zeitschr. f. angew. Chem.* 1894, 116). Die Anwesenheit einer geringen Menge von Lävulose genügt, um die Wiederauflösung von Bleicarbonat in überschüssiger Sodalösung zu bewirken (vergl. *diese Berichte* 26, Ref. 1020). Tritt bei der Zuckerbestimmung in Süssweinen solche Lösung ein, so wird das gelöste Blei durch Einleiten von Kohlensäure wieder gefällt. Foerster.

Untersuchung über Kautschukgegenstände, von C. A. Lobry de Bruyn und F. H. van Leent (*Chem.-Ztg.* 18, 309—312). Zu

den von Henriques (*dieser Berichte* 26, Ref. 555) vorgeschlagenen Verfahren zur Untersuchung und Charakterisirung verschiedener Kautschukarten fügen Verff. noch ein solches hinzu, welches sich auf das Verhalten des Kautschuks in der Hitze gründet. Es wird dabei der zu untersuchende, in dünne Plättchen zerschnittene Kautschuk trocken 2—3 Stunden auf 135° oder aber im eisernen Rohr 2 oder 4 Stunden mit Wasser auf 170° erhitzt, wobei nur gute Kautschuksorten sich wenig oder gar nicht verändern; zudem beträgt der Gewichtsverlust guten vulkanisirten Paragummis bei der ersten Probe stets weniger als 2 v. H. und beläuft sich oft nur auf wenige Zehntel v. H. Es wurden 60 Kautschukgegenstände auf ihren Gehalt an Schwefel, an Asche und an solchen Stoffen, welche in alkoholischer Natronlauge löslich waren, untersucht, eine Anzahl davon auch auf ihren Gewichtsverlust bei mehrstündigem Erhitzen auf 135°, damit man analytische Zahlenreihen erhielt, aus denen man zu Anhaltspunkten zu einer mit Hilfe der chemischen Analyse zu gewinnenden sicheren Beurtheilung von verarbeitetem Kautschuk gelangen könnte. Von besonderer Wichtigkeit hierfür wird, wie Verff. betonen, eine Untersuchung darüber sein, ob die organische Substanz von Kautschuk verschiedener Herkunft in allen Fällen wesentlich gleich sei oder nicht. Foerster.

Ein neuer Gasentwicklungsapparat, von C. Mirus (*Chem.-Ztg.* 18, 314). Der Apparat dient gleichzeitig zur Entwicklung, sowie zum Waschen und Trocknen von Gasen und ist in der Abhandlung selbst durch eine Zeichnung erläutert. Foerster.

Bericht über Patente

von

Ulrich Sachse.

Berlin, den 17. Februar 1894.

Apparate. C. W. A. Hertel in Berlin. Galvanisches Element. (D. P. 72013 vom 1. October 1892, Kl. 21.) Die Zink-
elektrode dieses Elementes befindet sich in einem unten geschlossenen
Kohlencylinder. Dieser steht auf dem Kupferboden der cylinder-
förmigen Kohlenelektrode. Die Ableitungstreifen dieser Kohlen-
elektrode sind zum Zweck der vollkommenen Depolarisation voll-
ständig in eine depolarisirende Masse (zerkleinerte Retortenkohle mit
Beimengung von Kupferoxyd und Kupferoxydul) eingebettet. Der