

Zur Erkennung des Jods dient folgendes Verfahren: 25—30 g Hammelschilddrüse, die von Fett möglichst befreit sind, werden mit 100 ccm 10 procentiger  $H_2SO_4$  4—8 Stunden am Rückflusskühler gekocht, bis etwa Alles in Lösung gegangen ist. Die Lösung wird in Eiswasser abgekühlt und filtrirt. Das etwa auf der Flüssigkeit schwimmende Fett wird möglichst entfernt. Der abfiltrirte, braun gefärbte Niederschlag wird mit Wasser gewaschen, darauf sammt dem Filter in 250 ccm Alkohol von 85 pCt. vertheilt und mit siedendem Alkohol 2—3 Mal extrahirt. Die alkoholischen Extracte werden zur Trockne verdampft, mit wenig Aetznatron und einigen Tropfen Wasser in einen Silbertiegel gebracht und gelinde geglüht. Die Schmelze wird in Wasser gelöst, nach dem Erkalten mit conc. Salpetersäure angesäuert und die Flüssigkeit mit 3—6 ccm Chloroform geschüttelt.

Sandmeyer.

---

### Analytische Chemie.

**Ein Mischapparat zur Beschleunigung chemischer Reactionen**, von V. Markownikoff (*Lieb. Ann.* 289, 254—257). Der Apparat besteht im Wesentlichen aus einer verschliessbaren Trommel, welche inwendig mit durchlochtem, parallel der Axe angebrachten Rippen versehen ist und durch mechanische Vorrichtung um ihre Axe rotiren kann.

Gabriel.

**Ueber die Bestimmung des Phosphors in titanhaltigen Eisen-erzen**, von J. Pattinson und H. S. Pattinson (*Journ. Soc. Chem. Ind.* 14, 443—444). Behandelt man ein phosphor- und titanhaltiges Eisen oder Eisenerz mit Chlorwasserstoffsäure, so bleibt ein Theil der beiden Elemente als Phosphotitanat des Eisens ungelöst zurück. Die gelöste Phosphorsäure kann in Gegenwart von Titansäure durch molybdänsaures Ammon nur sehr unvollständig gefällt werden, wie Verff. durch eine Versuchsreihe darthun. Es muss also vor Bestimmung der Phosphorsäure die Titansäure sowohl aus dem Rückstande als auch aus der Lösung entfernt werden. Dies geschieht, indem man das Eisenchlorid zu Chlorür reducirt und die Phosphorsäure als Ferriphosphat ausfällt, mit welchem auch die Titansäure sich ausscheidet, oder vortheilhafter, wenn man die reducirt Lösung mit Alaun versetzt, die Phosphorsäure als Thonerdephosphat niederschlägt und den Niederschlag mit Natriumcarbonat schmilzt. Das Aluminiumphosphat löst sich sehr leicht in schmelzendem Natriumcarbonat. Bei der Be-

handlung der Schmelze mit Wasser bleibt alle Titansäure als saures Natriumtitanat ungelöst.

Schertel.

**Bestimmung des Arsens in Eisenerzen, Stahl und Roheisen**, von J. E. Stead (*Journ. Soc. Chem. Ind.* 14, 444—446). Verf. giebt verschiedene kleine Modificationen zu der Bestimmung des Arsens nach Emil Fischer's Verfahren.

Schertel.

**Eine Bemerkung zur Colorimetrie**, von T. W. Hogg (*Journ. Soc. Chem. Ind.* 14, 1022). Verf. giebt den Eggertz'schen Röhren einen genau ebenen Boden und eine Millimetertheilung, welche, da er die beiden zu einer Bestimmung dienenden Röhren von genau gleichem Kaliber anfertigen lässt, zugleich eine Volumentheilung darstellen. Die Theilung erlaubt, wenn gleiche Intensität der Farbe erreicht ist, eine directe Ablesung des Kohlenstoffgehaltes. Die gleichen Vortheile bieten die Röhren bei der colorimetrischen Bestimmung von Chrom als Chromsulfat im Chromstahl.

Schertel.

**Ueber die Hydrolyse und Bestimmung von Zucker**, von James O'Sullivan (*Journ. Soc. Chem. Ind.* 14, 555).

Schertel.

**Ueber die Bestimmung von Morphin im Opium**, von Lyman F. Kebler (*Journ. Soc. Chem. Ind.* 14, 464—468).

Schertel.

**Bestimmung des organischen Stickstoffes bei Abwesenheit von Nitraten nach Kjeldahl's Verfahren**, von H. Causse (*Bull. Soc. Chim.* (3) 13, 636—642). Die Bestimmung des Stickstoffes in Blut, Horn, Häuten, Wolle und ähnlichen Stoffen nach Kjeldahl bringt meistens zu niedrige Resultate. Man suchte diesem Uebelstande durch erhöhten Zusatz von Quecksilber oder Quecksilberoxyd vorzubeugen, aber, wie die Versuche des Verf. zeigen, vergeblich. Nur durch länger fortgesetztes (dreistündiges) Erhitzen mit Schwefelsäure wird der gesammte Stickstoff in Ammoniak übergeführt. Ein Ueberschuss von Quecksilber muss schädlich wirken, weil sich das Sulfat in der Säure nicht vollständig löst und Mercurammoniumverbindungen entstehen, deren Zersetzung durch die Zugabe von Kaliumpermanganat nicht gewährleistet wird. Auch werden viele aromatische Amidverbindungen, die aus dem Abbau von Albuminkörpern entstehen können, durch Kaliumpermanganat nicht angegriffen. Verf. wendet das Verfahren in folgender Weise an: 0.30 g stickstoffreiche Substanzen oder 0.50 - 0.80 g stickstoffarme (mit 3—5 pCt. N) werden mit 20 ccm reiner 66° Schwefelsäure und 0.30 g wasserfreiem Kupfersulfat in einem Rundkölbchen langsam erhitzt und in ruhigem Kochen erhalten, bis die Flüssigkeit völlig klar ist und die Farbe einer wässrigen Kupfersulfatlösung besitzt. Dies tritt nach etwa 3—3¼ Stunden ein. Das Kupfersulfat wird aus den obenerwähnten Gründen statt des Quecksilbers als Sauerstoffüberträger benutzt. Die weiteren Einzelheiten des Verfahrens und die Anordnung des Apparates mögen im Originale nachgesehen werden.

Schertel.

**Zwei Reactionen zur Unterscheidung der Lactose von Glucose**, von L. Ruizard (*Bull. Soc. Chim.* (3) 18, 665). Man spaltet Lactose durch Salzsäure, verwandelt die Spaltungsproducte in Osazone, und filtrirt warm. Das Glucosazon bleibt auf dem Filter, Galactosazon krystallisirt beim Erkalten aus. Man krystallisirt um und bestimmt den Schmelzpunkt (188—191°). — Kupferacetat wird von Glucose in der Wärme reducirt, von Lactose nicht. Behandelt man dann mit Salzsäure, so spaltet sich die Lactose und das Kupferacetat wird reducirt.

Schertel.

**Ueber den Gehalt der Weine an flüchtigen Säuren**, von H. Jay (*Bull. Soc. Chim.* (3) 18, 642—644). Die flüchtigen Säuren des Weines werden auf folgende Weise genau bestimmt: In einer Flasche von etwa 200 ccm Inhalt, welche mit einem Kühler und einem Dampfzuleitungsrohre verbunden ist, werden 20 ccm des Weines zu gelindem Sieden erhitzt und die Dampfzuleitung so geregelt, dass keine beträchtliche Verminderung des Volumens eintritt. Nach einer Stunde oder fünf Viertelstunden ist die Operation beendet und man bestimmt im Destillate die flüchtigen, im Rückstande die fixen Säuren. Aetherification ist nicht zu befürchten. Erreicht die Menge der flüchtigen Säuren nicht die Hälfte der gesammten Acidität, so wiederholt man die Operation, nachdem man krystallisirte Weinsäure, höchstens 0.5 g zugesetzt hat. In solchen Fällen ist nämlich zu fürchten, dass ein Theil der flüchtigen Säuren durch Kali oder Kalk abgestumpft ist, und der Rest der freien fixen Säuren nicht hinreicht, um die Essigsäure, Propionsäure u. s. w. aus der Verbindung auszutreiben. — Nach den Analysen des Verf. ist der Gehalt an flüchtigen Säuren in 1 L französischer oder spanischer Weine äquivalent 0.38—0.80 g Schwefelsäure; Algerweine enthalten mindestens 1.30 g und selbst über 1.60 g.

Schertel.

**Eine neue Methode der quantitativen Spectralanalyse**, von G. u. H. Krüss (*Z. anorg. Chem.* 10, 31—43). Es wird, anstatt wie bisher bei gleichbleibender Schichtdicke die Intensität der zum Vergleich dienenden Lichtstrahlen zu ändern, so verfahren, dass bei gleichbleibendem Intensitätsverhältniss des die zu untersuchende Lösung durchstrahlenden und des zum Vergleich dienenden Lichtbündels die Schichtdicke der Lösung abgeändert wird, bis beide Strahlenbündel gleiche Helligkeit ergeben. Man arbeitet mit einer den gewöhnlichen Colorimetern ähnlichen Vorrichtung, in welcher die Höhe der durchstrahlten, zu untersuchenden Lösung durch einfaches Ausfliessenlassen der Lösung abgeändert wird. Durch Anbringung von Prismen werden die Strahlen, welche die Lösung von oben nach unten passirt haben, seitlich in ein Spectrophotometer geleitet. Ohne Zweifel wird durch eine solche Anordnung die Ausführung quantitativer Bestimmungen auf spectralanalytischem Wege übersichtlicher als in der bisherigen

Form, doch ist für alle solche Bestimmungen, welche auf dem Gesetz beruhen, dass für die Beeinflussung der Lichtstrahlen eine Vergrößerung der Schichtendicke gleichbedeutend sei mit einer Erhöhung der Concentration, zu bemerken, dass dies Gesetz nur für Lösungen nicht dissociirbarer Stoffe sowie für solche gilt, deren Dissociation durch stärkere Verdünnung nicht mehr verändert wird.

Foerster.

**Phosphorsäurebestimmung nach der Molybdänmethode**, von H. Neubauer (*Z. anorg. Chem.* 10, 60—65). Verf. stellt nach den vom Verband landwirthschaftlicher Versuchsstationen veröffentlichten Analysenergebnissen fest, dass gegenüber den Verfahren von Fresenius, Märcker und Wagner das von ihm empfohlene (*diese Berichte* 25, Ref. 916; 26, Ref. 824) die genauesten und sichersten Werthe liefere. Bei Bestimmung grösserer Mengen von Phosphorsäure ist es besser, an einem mit dünnem Magnesiaüberzug versehenen Platindeckel die sich verflüchtigende Phosphorsäure abzufangen, als einfach dem Ergebniss der Prüfung das nach den Angaben Verfs. zu berechnende Correctionsglied hinzuzufügen.

Foerster.

**Eine neue Methode zur quantitativen Trennung von Brom und Chlor**, von St. Bugarszky (*Z. anorg. Chem.* 10, 367—397). Die bisher vorgeschlagenen Verfahren zur directen Bestimmung von Brom neben Chlor sind auf den Umstand gegründet, dass gewisse Oxydationsmittel Bromide mit sehr viel grösserer Geschwindigkeit zersetzen als Chloride. Immerhin ist auch die Zersetzungsgeschwindigkeit der letzteren bei den bisher benutzten Verfahren keine unmessbar kleine, sodass, wie Referent bestätigen kann, die Erkennung des Endpunktes der Bromabscheidung Schwierigkeiten macht. Verf. hat nun in der Jodsäure einen Körper gefunden, welcher Bromide mit grosser Geschwindigkeit, Chloride aber — wenigstens in  $\frac{1}{10}$ -normaler oder verdünnterer Lösung — mit unmerklicher Geschwindigkeit oxydirt. Es entsteht dabei Jod neben Brom, welche man mit Hilfe von Wasserdampf in eine mit Jodkalium beschickte Vorlage hineindestillirt. Man bestimmt das Brom zweckmässig, da ein kleiner Theil davon sich mit den Wasserdämpfen zu Bromwasserstoffsäure umsetzt, durch Titration der im Destillationskolben noch vorhandenen Jodsäure, nachdem man von derselben anfangs eine gemessene Menge in Gestalt von  $\frac{1}{10}$ -normaler Kaliumbijdodatlösung neben Schwefelsäure der Lösung zugesetzt hatte. In einem anderen Theile des Destillationsrückstandes führt man die Jodsäure in Jod über, reducirt dieses mit  $\text{SO}_2$ , zersetzt die Jodwasserstoffsäure mit Natriumnitrit und kocht das Jod weg; hierauf bestimmt man das Chlor nach Volhard. Die angeführten Beleganalysen lieferten befriedigende Ergebnisse.

Foerster.

**Beiträge zur gewichtsanalytischen Bestimmung des Arsens**, von C. Friedheim und P. Michaëlis (*Z. anal. Chem.* 34, 505—545). Verff. haben die Art, in welcher eine genaue Bestimmung des Arsens

vorgenommen werden muss, in sehr eingehender Weise durch Versuchsreihen festgestellt und dabei auch die verschiedenen Bestimmungsarten einerseits als Magnesiumpyroarseniat, anderentheils als Arsentrisulfid mit einander verglichen. Die Arbeit gestattet keinen kurzen Auszug, und es sei daher auf die verdienstvolle Untersuchung verwiesen.

Foerster.

**Ueber das Vorkommen einer beträchtlichen Menge Fluor in einigen Mineralwässern**, von J. Casares (*Z. anal. Chem.* 34, 546—548). In zwei Mineralwässern der spanischen Provinz Galizien wurden 0.023—0.028 g Fluornatrium im Liter aufgefunden; zur Bestimmung dienten die Verfahren von Fresenius und von Carnot.

Foerster.

**Ueber die Zusammensetzung des Fleischextracts**, von J. König und A. Bömer (*Z. anal. Chem.* 34, 548—562). Siehe die Abhandlung selbst.

Foerster.

**Zinksulfat ein Fällungsmittel für Albumosen**, von A. Bömer (*Z. anal. Chem.* 34, 562—567).

Foerster.

**Die Bestimmung des Leims in Fleischextracten und Handelspeptonen**, von A. Stutzer (*Z. anal. Chem.* 34, 568—570).

Foerster.

## Bericht über Patente

von

Ulrich Sachse.

Berlin, den 29. Januar 1896.

**Allgemeine Verfahren und Apparate.** C. Luckow in Köln-Deutz. Verfahren zur Herstellung von Elektrodenplatten für elektrische Sammler. (D. P. 84423 vom 8. Juni 1894, Kl. 21.) Blanke Bleiplatten werden vor dem Aufbau der Sammlerzelle in besonderen hierfür bestimmten Gefässen einer vorbereitenden Behandlung unterworfen, indem stark verdünnte, schwach saure, neutrale oder schwach alkalische Lösungen von bestimmtem Gehalt an Salzen als Elektrolyt verwendet werden. Als Salze dienen diejenigen Salze der sämtlichen Leichtmetalle (d. h. derjenigen Metalle, deren Oxyde schwerer sind als die Elemente selbst) und des Ammoniums, bei deren Zerlegung durch den elektrischen Strom keine Zersetzungsproducte am + -Pol auftreten, welche störend oder verhindernd auf die Oxydation des metallischen Bleies einwirken; ferner die Doppelsalze oder