

## Analytische Chemie.

**Ueber die quantitative Bestimmung des Arsens**, von A. Gautier (*Compt. rend.* 122, 426—427). Verf. bemerkt aus Anlass der jüngst (*diese Berichte* 29, Ref. 240) erschienenen Mittheilung von Engel und Bernard »über eine rasche Bestimmung des Arsens«, dass einzig und allein die von ihm selbst angegebene Methode, welche in der Wägung des Arsenspiegels besteht, brauchbar ist, wenn es sich um die Bestimmung äusserst geringer Mengen Arsen handelt.

Täuber.

**Volumetrische Analyse eines Gemenges von Chloriden, Hypochloriten und Chloraten**, von Ad. Carnot (*Compt. rend.* 122, 449—452). Die Methode besteht in folgenden Operationen: Man bestimmt zunächst in bekannter Weise die Menge des vorhandenen Hypochlorits durch Titration mittels arsenigsauren Natriums unter Anwendung von Jodkaliumstärke als Indicator. Dann säuert man das Gemisch mit verdünnter Schwefelsäure an und titrirt das Chlorat mittels Ammoniumferrosulfat und Kaliumpermanganat. Endlich bestimmt man in der Flüssigkeit, die nun sämtliches Chlor in Form von Chlorid enthält, die Gesamtmenge des vorhandenen Chlors, indem man letzteres durch überschüssige Normalsilberlösung fällt und den Ueberschuss durch Titration mit Ammoniumsulfocyanat ermittelt. Das in der Flüssigkeit enthaltene Eisenoxydsalz dient als Indicator. Die Menge des ursprünglich vorhandenen Chlorids lässt sich aus den gefundenen Zahlen leicht berechnen. Die Methode liefert sehr gute Resultate.

Täuber.

**Analyse eines Gemenges von Chloriden, Chloraten und Perchloraten**, von Ad. Carnot (*Compt. rend.* 122, 452—454). Das Chlorid wird in bekannter Weise mittels Silbernitrat direct titrirt, das Chlorat wird in verdünnter, schwefelsaurer Lösung durch Eisenvitriol in Chlorid übergeführt und in dieser Form gleichfalls titrirt; die Menge des vorhandenen Perchlorats endlich ermittelt man, indem man das Salzgemisch durch Glühen in Chlorid überführt, dieses titrirt und aus der hier gefundenen Zahl und den beiden vorher gefundenen die Menge des Perchlorats berechnet. Um Verluste beim Glühen in Folge Verflüchtigung des Chlorids zu vermeiden, wird empfohlen, das Salzgemisch mit einer grösseren Schicht reinen Quarzsandes zu bedecken und nur so stark zu erhitzen, dass nur der Boden des Tiegels ins Glühen geräth.

Täuber.

**Ueber den Nachweis der Salpetersäure als Zeichen des Wasserzusatzes in Weinen**, von F. Leone (*Gazz. Chim.* 25, 2, 433—437). Die Gährvorgänge beseitigen jede Spur von etwa in Massen vorhandener Salpetersäure; finden sich kleine Mengen der-

selben dennoch in Weinen vor, so ist der Verdacht gerechtfertigt, dass der Wein nach dem Ausreifen einen Zusatz von Wasser erfahren habe, wodurch die Salpetersäure in ihn hineingelangt ist. Die Prüfung der Weine auf Salpetersäure nimmt Verf. in der Weise vor, dass er den nach dem Abdestilliren des Alkohols hinterbleibenden Rückstand mit Zinkspähnen so langsam destillirt, dass in  $\frac{1}{2}$  Std. nur etwa 10 ccm Destillat entstehen. In diesem prüft man mit der Griess'schen Reaction auf salpetrige Säure.

Foerster.

**Ausschluss des Schwefelammoniums aus der qualitativen Analyse**, von N. Tarugi (*Gazz. Chim.* 25, 2, 478—481). Nachdem Verf. vorgeschlagen hat, den Schwefelwasserstoff bei der qualitativen Analyse durch Thioessigsäure zu ersetzen (*diese Berichte* 27, 3437), hält er es für angebracht, auch die Beseitigung des Schwefelammoniums anzustreben. Er empfiehlt, die zuvor durch Ammoniak gefällte Lösung anzusäuern und mit Ferrocyanammonium alsdann Cobalt, Nickel und Mangan abzuscheiden, ein Vorschlag, welcher aber mannigfache, bisher nicht vorhandene Unbequemlichkeiten bei der Analyse zur nothwendigen Folge haben dürfte.

Foerster.

**Ueber die quantitative Bestimmung minimaler Mengen Fuselöl in Feinspriten nach dem Röse'schen Ausschüttelungsverfahren**, von M. Glasenapp, (*Z. angew. Chem.* 1895, 657—663). Es werden die dem Röse'schen Verfahren zur Fuselölbestimmung in der bisherigen Ausführungsweise noch anhaftenden kleinen Fehler erörtert. Diese bestehen besonders darin, dass die Temperatur der Chloroformschicht und der über dieser im Schüttelapparat befindlichen Luft nicht immer genau die normale ist, sondern um diese herum schwankt. Es wird ein Schüttelapparat beschrieben, in welchem die Ausschüttelung ganz unter Wasser von der Normaltemperatur vorgenommen werden kann. Auch die Zeit des Ablesens ist für die Genauigkeit der Bestimmung von Einfluss; die Ablesung wird bei sehr genauen Untersuchungen zweckmässig erst nach 1 Stunde vorgenommen; schliesslich werden die bei der Einstellung der Apparate zu beobachtenden Regeln eingehender dargelegt.

Foerster.

**Zur colorimetrischen Bestimmung des Eisens**, von G. Lunge (*Z. angew. Chem.* 1896, 3—5). Es werden einige im Wesentlichen nicht neue Vorschriften gegeben für die Ausführung der Bestimmung sehr kleiner Eisenmengen, zumal in Aluminiumsulfaten; diese geschieht bekanntlich colorimetrisch auf Grund der Rhodanreaction; Verf. führt das Rhodaneisen durch Ausschütteln mit Aether aus der wässrigen Lösung in diesen über. Für die in Rede stehende Bestimmung hat es sich zur Oxydation der Eisenlösung nach den Erfahrungen des Ref. bewährt, vor der vom Verf. angewandten Salpetersäure dem Kaliumchlorat mit Salzsäure den Vorzug zu geben.

Foerster.

**Die Bestimmung des Milchzuckergehaltes der Milch, sowie des specifischen Gewichtes des Milchserums, ein Beitrag zur Milchanalyse,** von Ed. von Raumer und Ed. Späth (*Z. angew. Chem.* 1896, 46—49, 70—73). Das specifische Gewicht eines normalen Milchserums liegt nach den Untersuchungen der Verff. zwischen 1.0260 und 1.0330; sein Gehalt an Milchzucker liegt zwischen 4.3—5.4 v. H.; bestimmt man ihn für die Milch direct, so findet man 0.1—0.2 v. H. weniger an Milchzucker. Die Bestimmung muss gewichtsanalytisch geschehen; auf polarimetrischem Wege lässt sie sich nicht durchführen, da ein dextrinartiger Körper die durch Polarisation gefundenen Zahlen beeinflusst. Durch Untersuchung des Milchserums kann man auch für schon geronnene Milch einen etwa erfolgten Wasserzusatz feststellen, wenn man die entsprechende Stallprobe zum Vergleich heranzieht und seit Entnahme der zu untersuchenden Milch nicht mehr als 24 Stunden verflossen sind.

Foerster.

**Ueber die Bestimmung der Pentosen und Pentosane durch Furfuroldestillation,** von F. Mann, M. Krüger und B. Tollens (*Z. angew. Chem.* 1896, 33—46). Der Haupttheil der Arbeit bezieht sich auf einen Vergleich der beiden Verfahren, welche für die Bestimmung des aus Pentosen oder Pentosanen durch Destillation mit 12 procentiger Salzsäure entstehenden Furfurols in Frage kommen, nämlich das Phenylhydrazin- und das Phloroglucinverfahren. In Hinsicht auf die Genauigkeit der zu erzielenden Ergebnisse erwiesen sich beide als gleichwerthig; das Verfahren der Furfurolfällung mit Phloroglucin ist aber wesentlich einfacher auszuführen und verdient daher den Vorzug vor dem anderen. Weiterhin wird die Frage erörtert, ob das bei der Destillation vegetabilischer Substanzen mit Salzsäure entstehende Furfurol nur aus Pentosanen oder Pentosen entsteht oder nicht; Cross und Bevan haben (*diese Berichte* 27, 1061) mit den durch Oxydation von Cellulose, Zucker und ähnlichen Stoffen erhaltenen Verbindungen erhebliche Mengen von Furfurol erhalten, ohne dass diese die übrigen Pentosenreactionen gaben. Verff. bestätigten ebenso wie früher schon Tromp de Haas und Tollens diese Versuche und glauben, dass die Furfurolbildner in diesen Fällen noch unbekannte Körper sind, da von wohl gekennzeichneten Stoffen ausser den Pentosen nur Glucuronsäure reichliche Mengen von Furfurol liefert, deren Auftreten aber in dem in Rede stehenden Falle nicht nachweisbar ist.

Foerster.

**Verfahren zur Anwendung der Citratmethode bei Bestimmung der citratlöslichen Phosphorsäure in Thomasmehlen nach Wagner,** von F. Mach und M. Passon (*Z. angew. Chem.* 1896, 129).

Foerster.

**Zur quantitativen Bestimmung des Arsens in roher concentrirter Schwefelsäure,** von G. Hattensaur (*Z. angew. Chem.* 1896,

130—131). Da Arsen aus salzsaurer Lösung rasch und vollständig gefällt wird, bestimmt man am zweckmässigsten den Arsengehalt roher concentrirter Schwefelsäure in der Weise, dass man 500 ccm derselben mit 500 ccm Wasser verdünnt, abkühlt und 500 ccm Salzsäure (1:2) hinzufügt und in die kühl gehaltene Flüssigkeit etwa eine Stunde lang Schwefelwasserstoff einleitet. Wie schon Neher (*Z. anal. Chem.* 22, 45) fand, wird hierbei nur Arsen und kein Blei gefällt.

Foerster

**Bestimmung der Parasulfanilsäure**, von K. Brenzinger (*Z. angew. Chem.* 1896, 131—133). Das Verfahren beruht darauf, dass Bromwasser aus Parasulfanilsäure Tribromanilin erzeugt und dabei die Sulfogruppe glatt in Gestalt von Schwefelsäure abspaltet; durch Bestimmung der letzteren kann die Parasulfanilsäure ihrer Menge nach leicht ermittelt werden. Da Metanilsäure durch Brom keine solche Spaltung erfährt, können Verunreinigungen an Parasulfanilsäure in ihr leicht bestimmt werden.

Foerster.

**Darstellung von Schwefeldioxyd für Sulfitstoff-Fabrikation**, von G. Lunge (*Z. angew. Chem.* 1896, 65—70). Es wird darauf hingewiesen, dass bei der Herstellung von Schwefeldioxyd für die Sulfitfabrikation in mancher Hinsicht andere Gesichtspunkte im Auge zu behalten sind als bei derjenigen für die Schwefelsäurefabrikation, insofern dabei ein Luftüberschuss möglichst zu vermeiden ist. Man benutzt darum, und der überhaupt einfacheren Arbeitsweise wegen, in diesem Fall zweckmässig Schwefel statt Schwefelkies zur Erzeugung der schwefligen Säure. Eine im Centralblatt für die österreichisch-ungarische Papierindustrie Jahrg. 1895 von A. Harpf über den augenblicklichen Stand dieser Angelegenheit erschienene Arbeit, welche den Verf. zu der vorliegenden Mittheilung veranlasst hat, zeigt, dass die Bereitung der schwefligen Säure in der Sulfitstofffabrikation nach obigen Grundsätzen noch recht verbesserungsfähig ist.

Foerster.