

Analytische Chemie.

Jodometrische Bestimmung der selenigen Säure und der Selensäure, von F. A. Gooch und A. W. Peirce (*Z. anorg. Chem.* 11, 249—253). Das Verfahren entspricht im Wesentlichen dem von Gooch und Smith vor einiger Zeit (*diese Berichte* 24, Ref. 865) zur Bestimmung von Chloraten vorgeschlagenen, da auch selenige Säure durch Jodwasserstoff völlig reducirt wird, bevor Arsensäure deren Einwirkung unterliegt. Selensäure kann jedoch auf diese Weise nicht bestimmt werden, da sie gleichzeitig mit Arsensäure von Jodwasserstoff angegriffen wird; sie muss daher zuvor mit Hülfe von Bromkalium und Schwefelsäure zu seleniger Säure reducirt werden. Das dabei entstehende Arsenbromid ist unter den Versuchsbedingungen nicht merklich flüchtig. Die Beleganalysen zeigen, dass das Verfahren recht befriedigende Ergebnisse liefern kann. Foerster.

Zur quantitativen Bestimmung und Scheidung des Kupfers, von F. Mawrow und W. Muthmann (*Z. anorg. Chem.* 11, 268—271). Die Bestimmung des Kupfers und seine Trennung von Cadmium oder Zink lässt sich in schwefelsaurer oder nicht zu stark salpetersaurer Lösung leicht vollziehen, wenn man es durch Reduction mit unterphosphoriger Säure in der Wärme aus seinen Lösungen als Metall niederschlägt. Das Verfahren lieferte befriedigende Ergebnisse. Noch einfacher freilich führt man die Trennung von Kupfer und Cadmium nach Freudenberg auf elektrolytischem Wege aus unter Benutzung bestimmter Spannungen. Foerster.

Ueber den Nachweis der Borsäure. — Borsäure im Weine, von A. Villiers und Fayolle (*Bull. Soc. Chim.* (3) 13, 874—877). Die auf Borsäure zu prüfende (organische) Substanz wird eingeäschert (bei Weinen der Rückstand aus 25 ccm), mit Schwefelsäure behandelt und mit Methylalkohol destillirt. Das Destillat wird angezündet, die charakteristische Flammenfärbung tritt noch sehr deutlich ein, wenn auch nur 0.1 mg Borsäure in Action tritt. Bei ihren Versuchen mit verschiedenen Weinsorten haben Verff. bislang Borsäure nicht zu entdecken vermocht. Schertel.

Ueber die volumetrische Bestimmung des Zinks, von H. Lescoeur und Cl. Lemaire (*Bull. Soc. Chim.* (3) 13, 880—882). In ihrer Controverse gegen Barthe (vergl. *diese Berichte* 28, Ref. 1023) halten Verff., gestützt auf neue Versuche, an ihrer früher ausgesprochenen Ansicht fest. Die directe alkalimetrische Bestimmung aus Lösungen, die $\frac{1}{10}$ und stärker sind, giebt ungenaue Ergebnisse, die alkalimetrische Bestimmung als Restmethode liefert unabhängig von der Verdünnung genaue Resultate. Schertel.

Störender Einfluss der schwefligen Säure der Gasflamme auf die Bestimmung einiger Verbindungen und über ein Mittel, denselben zu beseitigen, von M. E. Mulder (*Rec. Trav. Chim. Pays-Bas* 14, 307—316). Erhitzt man Baryumcarbonat längere Zeit in einem Platintiegel auf höhere Temperatur, so findet eine geringe, immerhin wägbare Gewichtszunahme des Tiegels statt. Verf. beschreibt drei verschiedene Versuchsanordnungen, um diesem Uebelstand abzuhelfen. a) Auf eine 35 qcm grosse Asbestscheibe, welche eine Oeffnung von 7,6 cm Durchmesser trägt, wird eine zweite von 18 qcm Grösse mit einem Loch von 3,4 cm Durchmesser gelegt. Letzteres ist von einem Platinring eingefasst, in welchen der Platintiegel (grösster Durchmesser 24 mm) von einem Platinfadenkreuz besonders getragen hineingehängt wird. b) Diese Versuchsanordnung unterscheidet sich von a nur dadurch, dass an Stelle der zweiten Asbestplatte eine concave Platinplatte verwandt wird, welche zur Aufnahme des Tiegels eine Oeffnung trägt. Der Tiegel kann auf diese Weise leicht bis zum Rande bis zur Rothgluth erhitzt werden, was bei a nicht vollständig zu erreichen war. — Ueber Grössenverhältnisse der Platte und Oeffnungen s. Original. — c) Schliesslich genügt auch die Anwendung der unter a beschriebenen zweiten Asbestplatte (18 qcm) allein. — Eezüglich der bei den Versuchen innezuhaltenden Temperatur s. Original.

Lenze.

Ueber Natriumsulfarseniat, von Le Roy W. Mc. Cay (*Z. anal. Chem.* 34, 725—730). Berzelius, welcher das Natriumsulfarseniat entdeckte (*Pogg. Ann.* 7, 14), sowie Rammelsberg (*Pogg. Ann.* 52, 239) und Fresenius (*Z. anal. Chem.* 1, 192), welche später das Salz auf anderem Wege wie Berzelius darstellten, drücken seine Zusammensetzung in Uebereinstimmung mit einander durch die Formel $2(\text{Na}_3\text{AsS}_4) + 15\text{H}_2\text{O}$ aus. Verf., welcher das Natriumsulfarseniat durch Einwirkung von Schwefelwasserstoff auf eine alkalische Lösung von arsensaurem Natron ($\text{Na}_2\text{HAsO}_4 + 12\text{H}_2\text{O}$) und Fällung des entstandenen Productes durch Alkohol darstellte, ermittelt für sein Product die Zusammensetzung $\text{Na}_3\text{AsS}_4 + 8\text{H}_2\text{O}$ und hält die von den genannten Forschern angenommene Formel des Natriumsulfarseniats für unrichtig. Ebenso kann Verf. die von Nilson (*Journ. prakt. Chem.* 14, 149—154 und 19, 170) gemachten Angaben betreffs der Bildung von Orthosulfarsensäure (H_3AsS_4) bei Zersetzung einer kalten verdünnten Lösung von Natriumsulfarseniat mit Salzsäure nicht bestätigen. Der auf diese Weise nach den Angaben von Nilson erzeugte Niederschlag enthält nur Spuren von Schwefelwasserstoff, so dass nach Ansicht des Verf. die Zersetzung des Sulfarseniats durch Salzsäure nicht nach der von Nilson angegebenen Gleichung: $2\text{Na}_3\text{AsS}_4 + 6\text{HCl} = 6\text{ClNa} + 2\text{H}_3\text{AsS}_4$, sondern nach der Gleichung: $2\text{Na}_3\text{AsS}_4 + 6\text{HCl} = 6\text{ClNa} + \text{As}_2\text{S}_5 + 3\text{H}_2\text{S}$ verläuft. — Viele der

von Berzelius und Nilson bei ihren Arbeiten über Schwefelverbindungen des Arsens beobachtete Unregelmässigkeiten glaubt Verf. auf die Gegenwart von Sulfoxyverbindungen zurückführen zu müssen.

Lenze.

Zur Bestimmung des Nicotins und des Ammoniaks im Tabak, von R. Kissling (*Z. anal. Chem.* 34, 731—734). In vorliegender Abhandlung wendet sich Verf. zunächst gegen die von Vedrödi (*diese Berichte* 28, Ref. 862) veröffentlichte Methode zur »Bestimmung des Ammoniaks neben Nicotin im Tabak«, welche er als eine Modification, nicht aber eine Verbesserung seiner Methode der Nicotinbestimmung (ebenda 21, 76) bezeichnet, und verweist auf ein von ihm in neuerer Zeit veröffentlichtes Verfahren¹⁾ zur Bestimmung der verschiedenen im Tabak enthaltenen Stickstoffverbindungen, welches in Kürze wiedergegeben wird. — Am Schluss der Arbeit wird auf einige Irrthümer hingewiesen, welche Vedrödi bei Berechnung seiner analytischen Daten begangen hat.

Lenze.

Bestimmung von Anilin in Gegenwart kleiner Mengen Toluidin und Bestimmung von Toluidin in Gegenwart kleiner Mengen Anilin, von P. Dobriner und W. Schranz (*Z. anal. Chem.* 34, 734—740). Die von Reinhardt (*Chem.-Ztg.* 17, 413 und *Z. anal. Chem.* 33, 89) empfohlene Methode zur Bestimmung von Anilin in seinen Gemischen mit Toluidinen, welche darauf beruht, dass nascirendes Brom Anilin in das Tribromderivat, Toluidin in das Dibromderivat umwandelt, wurde daraufhin geprüft, ob sie auch dann brauchbar ist, wenn einer der beiden Componenten nur in geringer Menge vorhanden ist. Hierbei hat sich gezeigt, dass nach dem von Reinhardt angegebenen Verfahren die Bestimmung geringer Mengen Toluidin in Anilin möglich ist, dagegen erhält man bei der Titration mit Bromlauge von Toluidin allein oder in seinen Gemischen mit geringen Mengen Anilin nicht ganz richtige Resultate. Die Reinhardt'sche Formel: $x = 2.3777 vt - 1.3777 a$, wo a = die angewandte Menge Anilinöl, x = die darin vorhandene Menge Anilin, t = den Titer der Bromlauge auf reines Anilin, v = die Anzahl der verbrauchten Kubikcentimeter Bromlauge und $a - x$ demnach die Menge der im Anilinöl vorhandenen Toluidine ist, lässt sich indess auch in diesen Fällen verwenden, wenn man die Titerstellung der Bromlauge auf reines Toluidin vollzieht und durch Multiplication mit $\frac{93}{160.5}$ den Titer t für Anilin berechnet, anstatt umgekehrt die Titerstellung der Bromlauge auf Anilin zu vollziehen und durch Multiplication mit $\frac{160.5}{93}$ den Titer für Toluidin zu

¹⁾ »Der Tabak im Lichte der neuesten naturwissenschaftlichen Forschungen«, Berlin 1893. Verlag von Parey.

ermitteln. — Wie zur Bestimmung des Anilins und der Toluidine eignet sich die Reinhardt'sche Methode auch zur Bestimmung der Salze dieser Basen neben einander. — Die genaueren Details der Arbeit (Beleganalysen etc.) s. im Original.

Lenze.

Bestimmung der Feuchtigkeit in Anilin, Ortho- und Paratoluidin, von P. Dobriner und W. Schranz (*Z. anal. Chem.* 34, 740—742). Die Methode besteht darin, den Verbrauch an Bromirungslauge nach Reinhardt (*Z. anal. Chem.* 33, 89) in gleichen Gewichtsmengen der ungetrockneten und getrockneten Substanzen zu bestimmen. Verf. benutzten drei Proben Anilin von verschiedenem, bekanntem Wassergehalt zur Untersuchung. Ein Theil jeder Probe wurde durch einmalige Behandlung mit geglühter Pottasche entwässert und alsdann neben der ursprünglichen wasserhaltigen mit Bromlauge titriert. Die Resultate zeigten, dass die letzten Antheile an Feuchtigkeit durch geglühte Pottasche nicht entfernt worden waren. — Erwähnt sei noch, dass in den *p*-Toluidinen des Handels nach dieser Methode in wenigen Fällen ein Gehalt an Wasser nachgewiesen werden konnte.

Lenze.

Bericht über Patente

von

Ulrich Sachse.

Berlin, den 6. Mai 1896.

Aparate. H. Dahl in Christiania. Vorrichtung zum Dichten von luftleeren Gefässen. (Norw. P. 4358 vom 3. December 1894.) Der Stopfen des Gefässes besitzt eine mehrfach im Winkel gebogene Durchbohrung, an die sich das Saugrohr der Luftpumpe anschliesst. Von letzterem zweigt seitlich nach oben ein zu einem Behälter, welcher mit einer leicht schmelzbaren Dichtungsmasse gefüllt ist, führendes Rohr ab, der durch einen Hahn abgesperrt ist. Sobald das Gefäss luftleer ist, wird der Hahn geöffnet und die Dichtungsmasse fließt in die winklige Durchbohrung ein, wo sie erstarrt und einen luftdichten Verschluss bildet.

Jungner in Skara. Ein als Trockenelement eingerichteter Accumulator. (Dän. P. 466 vom 22. August 1895.) Der Accumulator besteht aus einem Behälter aus Zink oder einem ähnlichen Metall, dessen Oxyd in Aetzalkalien löslich ist. In diesem Behälter

[31*]