

## Analytische Chemie.

**Charakterisirung und Trennung der in den Pflanzen enthaltenen Säuren**, von L. Lindet (*Compt. rend.* 122, 1135—1137). Die Citrate des Chinins sind in kaltem Methylalkohol ausserordentlich schwer löslich, während die äpfelsauren und oxalsauren Salze des Chinins sich in demselben Lösungsmittel in erheblicher Menge lösen. Bei Gegenwart der äpfelsauren und der oxalsauren Salze des Chinins sind auch die citronensauren Salze etwas mehr löslich als in reinem Methylalkohol. Von den Cinchoninsalzen der genannten Säuren und der gleichfalls zu berücksichtigenden Bernsteinsäure ist das äpfelsaure Salz bei weitem am schwersten löslich; auch hier wird die Löslichkeit durch die Anwesenheit der anderen Cinchoninsalze erhöht. Um nun die angeführten Säuren in vegetabilischen Säften nachzuweisen und sie zu trennen, dampft man die Säfte zunächst im Vacuum zur Trockne und nimmt den Rückstand mit möglichst wenig Methylalkohol auf. Ist Weinsäure zugegen, so fällt man diese zuvor in Form von Kaliumbitartrat, scheidet die anderen Säuren mit Bleiessig ab und regenerirt sie aus dem Bleisalze durch Schwefelwasserstoff. Aus der methylalkoholischen Lösung der Säuren scheidet man die Citronensäure durch Chinin ab, unter möglichster Vermeidung eines Ueberschusses von Chinin (man lässt eine approximative Bestimmung vorausgehen). Im Filtrat fällt man unter Beobachtung der gleichen Vorsichtsmaassregeln die Aepfelsäure durch Cinchonin.

Täuber.

**Ueber die Trennung der löslichen, verbindungs-fähigen und hydraulischen Kieselsäure von der quarzartigen**, von W. Michaëlis (*Chem.-Ztg.* 19, 2296—2297). Gegenüber Lunge (*diese Berichte* 29, Ref. 188) verhartt Verf. bei seiner früher geäusserten Ansicht, dass Natriumcarbonatlösung nicht geeignet ist, die gesammte verbindungs-fähige Kieselsäure in Lösung zu bringen, dass dies aber erreicht wird durch Digeriren des Untersuchungsmaterials mit Alkalilauge. Als Beweismaterial für seine Behauptung führt er das Ergebniss der Untersuchung eines »Trass« von Andernach an, welcher mit Natriumcarbonatlösung behandelt 1—3 pCt., mit 10procentiger Natriumhydratlösung ca. 16 pCt. lösliche Kieselsäure lieferte.

Lenze.

**Eine neue Methode zur Bestimmung des Phosphors in der Phosphorbronze**, von F. Oettel (*Chem.-Ztg.* 20, 19—20). Je nach der vermutheten Phosphormenge werden 3—10 g Bronze mit Salpetersäure digerirt und das gebildete Zinnoxid nach dem Waschen, Trocknen und Glühen im Porzellantiegel mit Cyankalium wenige Minuten in feurigem Fluss erhalten. Zinnoxid wird zu Metall reducirt, während der Phosphor als Kaliumphosphat neben Kaliumcyanat und

überschüssigem Cyankalium in der Schmelze enthalten ist. Der wässrige Auszug der Schmelze wird mit concentrirter Salzsäure gekocht und darans nach dem Erkalten durch Schwefelwasserstoff kleine Mengen Kupfer und Zinn (durch das überschüssige Cyankalium in Lösung gebracht) gefällt. Das Filtrat wird vom Schwefelwasserstoff durch Kochen und Behandeln mit Bromwasser befreit, ammoniakalisch gemacht und mit Magnesiamixtur versetzt. — Verf. theilt einige Beleganalysen mit und führt den Nachweis, dass geringe Mengen Arsen die Bestimmung des Phosphors nach der beschriebenen Methode nicht beeinflussen. — Der Schluss der Abhandlung enthält einige Bemerkungen über Phosphorbronzen.

Lenze.

Ueber die acidimetrische Bestimmung des Zinks, von L. L. de Koninck (*Chem.-Ztg.* 20, 55). Das von Barthe (*diese Berichte* 28, Ref. 1023) angegebene Verfahren zur volumetrischen Bestimmung des Zinks in seinen Salzen, welches sich auf die Bestimmung der Differenz zwischen den Mengen des zur Neutralisation einer sauren Zinksalzlösung erforderlichen Alkalis gründet, je nachdem man Malvenfarbstoff (besser Methylorange) oder Phenolphthalein anwendet, ist vom Verf. eingehend geprüft worden. Die Versuche sind theils bei gewöhnlicher Temperatur, theils in der Wärme ausgeführt worden. Dabei hat sich herausgestellt, dass das Barthe'sche Verfahren, um exacte Resultate zu erhalten, dahin abzuändern ist, dass man in der Wärme operirt und die hinzugefügte überschüssige Alkalilauge mit einer Lösung von Kalium-Zinksulfat zurücktitrirt. Die Methode ist indess zur Analyse von Erzen nicht anwendbar und verliert aus diesem Grund an Bedeutung.

Lenze.

Verallgemeinerung der Nessler'schen Reaction zum Nachweis von Quecksilber und Jodiden, von G. Denigès (*Chem.-Ztg.* 20, 70). Damit das bei der Nessler'schen Reaction zum Nachweis von Ammoniak sich bildende Quecksilberammoniumjodid-Quecksilberoxyd entstehen kann, ist die Anwesenheit von Quecksilberoxydsalz, Ammoniak, kaustischem Alkali und Jodkalium (dieses nicht im Ueberschuss) erforderlich. Verf. hat Versuche angestellt, ob bei Weglassung eines der vier Agentien das Gemisch der übrigen zur Erkennung desselben dienen kann. Dabei hat sich gezeigt, dass nur das Alkali in grösserer Menge vorhanden sein muss, während von den anderen zwei Bestandtheilen nur geringe Quantitäten zum Nachweis des vierten erforderlich sind. In welcher Weise die Nessler'sche Reaction zum Nachweis von Quecksilber, sowie zur Erkennung von Jodiden dienen kann, wird näher erörtert.

Lenze.

Kritische Untersuchungen über die Bestimmung der Phosphorsäure, von C. Meineke (*Chem.-Ztg.* 20, 108—113). Die üblichen Verfahren zur Bestimmung der Phosphorsäure a) als

Phosphormolybdänsäure nach Meineke (*Repert. anal. Chem.* 1885, 153) und b) als Magnesiumpyrophosphat nach Abbesser, Jani, Maercker (*Z. anal. Chem.* 12, 447) und Peitzsch, Robu, Wagner (*Z. anal. Chem.* 19, 144) werden einer eingehenden Prüfung unterzogen und der Einfluss von Ammoniumchlorid auf die Fällung der Phosphorsäure durch Molybdänlösung aus eisenreichen Lösungen festgestellt. — Bezüglich der Einzelheiten der umfangreichen Arbeit, in welcher vom Verf. eine grössere Anzahl von Versuchsreihen mitgetheilt wird, muss auf das Original verwiesen werden. Lenze.

Ueber die Einwirkung der Magnesiummischung auf Glas, von L. L. de Koninck (*Chem.-Ztg.* 20, 129). In Fortsetzung seiner früheren Versuche über den fraglichen Gegenstand (*Chem.-Ztg.* 19, 450) theilt Verf. mit, dass ein Erlenmeyer'scher Kolben aus Jenaer Glas nach 13monatelanger Berührung mit Magnesiummischung (Zusammensetzung der Mischung siehe l. c.) an der von der Lösung benetzten Fläche vollständig mit einem Häutchen aus kieselaurer Magnesia überzogen war; die Menge betrug 1.5 mg pro qcm. War der Kolben vorher während einiger Zeit mit Wasserdampf behandelt, so trat diese Erscheinung nicht auf; der Kolben war nach 15 Monaten fast vollständig unangegriffen geblieben. Lenze.

Beiträge zur Kenntniss der Bestimmung des Kalis als Kaliumplatinchlorid, von H. Precht (*Chem.-Ztg.* 20, 209—210). Nach einer Mittheilung von Atterberg (*Chem.-Ztg.* 20, 131) hat ein Theil der in den letzten 4 Jahren nach Schweden gelieferten Kalidüngesalze (Kainit) nicht den garantirten Minimalgehalt an Kali gehabt, wie aus den Analysen hervorgeht, welche in den schwedischen landwirthschaftlichen Controllstationen ausgeführt worden sind. Atterberg führt die Ursache hiervon zurück auf eine unzureichende Kalibestimmungsmethode der Stassfurter Kaliwerke. In Erwiderung dieses den deutschen Chemikern, welche in der Kaliindustrie mit analytischen Arbeiten beschäftigt sind, gemachten Vorwurfs verweist Verf. auf seine früheren Veröffentlichungen über die Bestimmung des Kaliums als Kaliumplatinchlorid (*Z. anal. Chem.* 1879, 509—521), welche genaue Vorschriften betr. das Auswaschen des Kaliumplatinchlorids enthalten. Gegenüber der vielfach geäusserten Ansicht, dass es besser sei, zum Auswaschen des Kaliumplatinchlorids 90proc. Alkohol anstatt 96—99procentigen zu verwenden, verweist er gleichfalls auf seine ältere Arbeit (l. c.), worin nachgewiesen ist, dass die Löslichkeit des Natriumplatinchlorids in absolutem Alkohol grösser ist als in wasserhaltigem und deshalb das Auswaschen mit abs. Alkohol den Vorzug verdient. Lenze.

Molybdänsäure, ein Reagens auf Alkohol, von E. Merck (*Chem.-Ztg.* 20, 228). Es wird vom Verf. mitgetheilt, dass sich mit-

tels der von ihm dargestellten Molybdänsäure (acid. molybdaenic. pur.) entgegen den Angaben von Tumsky (*Ber. d. russ. chem. Ges.* 1880, 357) Spuren von Alkohol in wässriger Lösung bis zu 0.02 pCt. (Methylalkohol bis zu 0.2 pCt.) nachweisen lassen. In einem Reagensglase wird eine Lösung von Molybdänsäure in conc. Schwefelsäure bei ca. 60° unter die zu untersuchende Flüssigkeit geschichtet. An der Berührungsfläche der Schichten zeigt sich bald eine blaue Zone, welche mit Erhöhung des Alkoholgehaltes der Lösung an Intensität zunimmt. Da eine Reihe von Verbindungen mit Molybdänsäure ähnliche Reactionen giebt, darf diese Reaction nicht als specifisch für Alkohol betrachtet werden. Ueber Anwendung der Molybdänsäure als Farbreagens s. Levi (*Compt. rend.* 103, 1195) und Stahl (*diese Berichte* 25, 1600).

Lenze.

**Bestimmung von Quecksilbersalzen mittels Natriumsuperoxyds**, von M. C. Schuyten (*Chem.-Ztg.* 20, 239). Wie Verf. bereits früher mitgetheilt, reducirt Natriumsuperoxyd Sublimat zu metallischem Quecksilber. Die Untersuchungen wurden auf wässrige Lösungen von Quecksilbersulfat- und nitrat, sowie Suspensionen von Quecksilberchlorür und rothem Quecksilberoxyd in Wasser ausgedehnt. Sämmtliche Körper wurden zuerst in gelbes Oxyd verwandelt, dann zu metallischem Quecksilber reducirt. In der von den Niederschlägen abfiltrirten Lösung liess sich kein Quecksilber mehr nachweisen. Zinnober wurde unter den angegebenen Versuchsbedingungen auch beim Kochen nicht zerlegt, wohl aber organische Quecksilberadditionsproducte.

Lenze.

**Apparat zur Untersuchung von Grubengas enthaltender Luft**, von S. Reichenberg (*Chem.-Ztg.* 20, 240). Beschreibung und Zeichnung des Apparates s. im Original.

Lenze.

**Beiträge zur Acetonbestimmung im Denaturirungsholzgeist und in Bohacetonen**, von M. Klar (*Chem. Ind.* 19, 73—79). In vorliegender Abhandlung werden die Acetonbestimmungsmethoden von Krämer und Messinger, welche auf der Ueberführung des Acetons in Jodoform durch Alkali und Jod beruhen und für die Praxis allein in Frage kommen, einer eingehenden Prüfung unterzogen. Verf. kommt auf Grund seiner Untersuchungen zu der Ueberzeugung, dass die gewichtsanalytische Methode nach Krämer in der von der Steuerbehörde vorgeschriebenen Ausführung einige Mängel besitzt, welche sich indess durch kleine Abänderungen der Methode leicht beseitigen lassen. Auch die Messinger'sche maassanalytische Bestimmungsmethode, nach welcher das im Ueberschuss verwandte, als Jodnatrium oder jodsaures Natrium in der alkalischen Flüssigkeit vorhandene Jod durch Natriumthiosulfatlösung nach dem Hinzufügen von Schwefelsäure titrirt wird, birgt einige Fehlerquellen in sich, ist aber trotzdem nach

Ansicht des Verf. der Krämer'schen Methode auch für steuerbehördliche Zwecke vorzuziehen. Lenze.

**Bemerkungen zu der vorstehenden Abhandlung über Acetbestimmung**, von G. Krämer (*Chem. Ind.* 19, 79). In Erwiderung der Kritik von Klar (s. vorsteh. Ref.) werden vom Verf. neue analytische Resultate mitgetheilt, welche bestätigen, dass bei genauer Innehaltung der bereits in seiner früheren Abhandlung (*diese Berichte* 18, 1000) angeführten Vorsichtsmaassregeln für die Praxis genügend gute Zahlen erhalten werden. Lenze.

## Bericht über Patente

von

Ulrich Sachse.

Berlin, den 25. Juni 1896.

**Allgemeine Verfahren und Apparate.** Gebr. Siemens & Co. in Charlottenburg. Verfahren zur Herstellung einer Stopfbüchsendichtung aus zusammengeknetetem Graphit. (D. P. 86275 vom 7. April 1895, Kl. 47.) Zur Herstellung einer Dichtung für Stopfbüchsen und dergleichen benutzt man als Packungstoff Graphit, der mit starken Säuren behandelt und geglüht worden ist. Das in sehr fein vertheiltem Zustande befindliche Graphitpulver kann durch Druck in eine gleichförmige Masse von sehr grosser Plasticität und einer gewissen Elasticität verwandelt werden.

C. W. Ramstedt in Tranbygge, Kungsängen, Schweden. Wärmeaustauschvorrichtung mit umlaufenden scheibenförmigen Gefässen. (D. P. 86456 vom 14. Juni 1894, Kl. 17.) Um beim Erwärmen oder Abkühlen von Flüssigkeiten, z. B. beim Pasteurisiren, einen lebhaften Wärmeaustausch zwischen diesen Flüssigkeiten und den Erwärmungs- oder Abkühlungsflüssigkeiten zu erhalten, lässt man die Gefässe, welche den Wärmeaustausch vermitteln sollen, in der zu pasteurisirenden Flüssigkeit umlaufen, während diese letztere mittels zwischen die sich drehenden Gefässe eingeführter, unbeweglicher Gegenstände durch Vergrösserung der Reibung verhindert wird, an der Drehbewegung Theil zu nehmen. Zu diesem Zweck sind scheibenförmig ausgebildete Einzelgefässe an einer sich drehenden senkrechten Welle befestigt und unter einander durch die Welle umschliessende Canäle verbunden. Diese sich mit der Welle drehenden