

Dem experimentellen Theil der Arbeit geht eine Besprechung der verschiedenen Methoden zur quantitativen Bestimmung der Pentaglycosen voraus. Verff. bedienen sich bei ihren Untersuchungen der gravimetrischen Methode von De Chalmot (Wägung des Furfurolphenylhydrazons).

Lenze.

Analytische Chemie.

Ueber die Entwicklung von Kohlenoxyd aus alkalischen Pyrogallollösungen während der Absorption von Sauerstoff, von F. Clowes (*Proc. Chem. Soc.* 1895, 200). Wie schon bekannt ist, entsteht Kohlenoxyd, wenn man aus einem mehr als 28 v. H. Sauerstoff enthaltenden Gasgemenge den Sauerstoff von Pyrogallussäurelösung absorbiren lässt; man muss in diesem Falle das Kohlenoxyd gesondert bestimmen. Stellt man aber eine sehr stark alkalische Lösung von Pyrogallussäure her, welche in 100 ccm von dieser 5—10 g und 120 g Kalihydrat enthält, so entsteht unter keiner Bedingung mehr Kohlenoxyd.

Foerster.

Ueber die Bestimmung der Buttersäure, von W. H. Willcox (*Proc. Chem. Soc.* 1895, 202). Will man Gemische von Fettsäuren in Gestalt ihrer Baryumsalze zur Wägung bringen, so darf man, wenn Buttersäure anwesend ist, die Salze bei höchstens 80° trocknen, da buttersaures Baryum schon bei 85° eine langsame und dauernde Zersetzung erleidet.

Foerster.

Ueber die Trennung des Palladiums von Platin, von P. Cohn und F. Fleissner (*Monatsh. Chem.* 17, 361—364). Die Trennung beruht auf der bekannten Thatsache, dass Platinsalmiak in starker Salmiaklösung und Alkohol unlöslich ist, während Ammoniumpalladiumchlorür sich in ersterem Mittel löst: aus dieser Lösung wird nun durch Behandeln mit Salpetersäure die Abscheidung des schwerlöslichen Ammoniumpalladiumchlorids (Palladiumsalmiaks), $\text{Pd}(\text{NH}_4)_2\text{Cl}_6$, bewirkt.

Gabriel.

Der Schwefelgehalt des Petroleums, von C. Engler (*Chem.-Ztg.* 20, 197—199). Durch Bestimmung des Schwefelgehaltes einer grösseren Anzahl von Handelssorten des Petroleums und Vergleich der hierbei gefundenen analytischen Zahlen mit denen, welche bei der Analyse des raffinierten Lima-(Ohio-)Petroleums erhalten wurden, wird vom Verf. nachgewiesen, dass ein Grund, das raffinierte Limaöl von unserem Consum fernzuhalten, nicht vorliegt. Dasselbe steht

hinsichtlich seines Schwefelgehaltes etwa in der Mitte zwischen bestem Salonöl und den schwefelreichsten Oelen; es enthält etwas mehr Schwefel als das raffinierte pennsylvanische, dagegen durchschnittlich etwas weniger als elsässisches Petroleum. — Die Bestimmung des Schwefels wurde in der Weise ausgeführt, dass eine bestimmte Menge Petroleum auf einer Lampe verbrannt, die Verbrennungsgase abgesaugt und in einer 5procentigen wässrigen Potaschelösung absorbiert wurden, welche bis zur schwachen Gelbfärbung mit Brom versetzt war. Der Schwefel wurde in der Absorptionsflüssigkeit in Form von schwefelsaurem Baryt bestimmt. — Bezüglich Beschreibung und Zeichnung des Apparates sei auf die Abhandlung verwiesen.

Lenze.

Die Bestimmung des Schwefelgehaltes der Verbrennungsgase des Leuchterdöles, von R. Kissling (*Chem.-Ztg.* 20, 199). Die Methode ist eine Modification des Heusler'schen Verfahrens (*diese Berichte* 28, Ref. 568). Die Petroleumlampe ist mit einem aus Hartglas gefertigten Zugrohr versehen. Als Absorptionsflüssigkeit dient 5procentige Permanganatlösung, welche sich in einem mit Glasperlen gefüllten U-Rohr befindet. Hieran schliesst sich ein zweites Absorptionsgefäss, welches gleichfalls etwas Permanganatlösung enthält, und ein drittes, welches zum Aufsaugen der übergerissenen Absorptionsflüssigkeit dient. Nach diesem Verfahren wurde vom Verf. eine Reihe von Leuchterdölsorten untersucht und dabei gefunden, dass das sogen. Kaiseröl den geringsten, Leuchtöl aus Elsasser Erdöl den höchsten Schwefelgehalt aufweist; auch eine Sorte galizischen Erdöls erwies sich als schwefelreich. — Bezüglich der Einführung des raffinierten Lima-Petroleums in den Handel ist Verf. der gleichen Ansicht wie Engler (s. vorst. Ref.).

Lenze.

Zur Kaliumbestimmung, von A. Prager (*Chem.-Ztg.* 20, 269). Verf. macht auf einige Vorsichtsmaassregeln aufmerksam, deren man sich bei Anwendung des abgekürzten Fresenius'schen Verfahrens (wenn das Kalium als Sulfat vorliegt) zweckmässig bedient. Man soll sich von der Reinheit des Kaliumplatinchlorids durch Behandeln desselben mit einer kleinen Menge kalten Wassers überzeugen, soll langsam eindampfen, damit man ein möglichst gut krystallisiertes Salz erhält, die Filter vor der Wägung mit Alkohol und heissem Wasser waschen, das Trocknen bei 110° im Hoffmeister'schen Trockenschrank (*Z. anal. Chem.* 33, 437) vornehmen und das Eindampfen in einer ammoniakfreien Atmosphäre ausführen.

Lenze.

Bemerkungen zur Kalibestimmungsmethode der Kaliwerke zu Leopoldshall-Stassfurt, von R. Ruer (*Chem.-Ztg.* 20, 270). Nach den Erfahrungen des Verf. liefert die vom Verkaufs-Syndicat der genannten Kaliwerke angewandte Methode um $\frac{1}{2}$ pCt. zu hohe Resultate. Hierauf ist schon von Fresenius (*Z. anal. Chem.* 21, 234)

hingewiesen worden. Aus seinen Beleganalysen geht hervor, dass der Coëfficient 0.3056 (Chlorkalium = Kaliumplatinchlorid \times 0.3056) nur dann der Wirklichkeit entspricht, wenn das Trocknen des Kaliumplatinchlorids bei 130° 12 Stunden fortgesetzt wird, während nach der Vorschrift der Stassfurter Kaliwerke ein 20 Min. langes Trocknen bei 130° als ausreichend erachtet wird. Um nun das langwierige zwölfstündige Trocknen zu vermeiden und trotzdem Werthe zu erhalten, die dem wirklichen Kaligehalt entsprechen, schlägt Verf. vor, den Coëfficienten 0.304 einzuführen und bei der 1/2stündigen Trockenzeit zu bleiben.

Lenze.

Zur Bestimmung des Kalis als Kaliumplatinchlorid, von E. Bauer (*Chem.-Ztg.* 20, 270). Verf. schlägt vor, das Kaliumplatinchlorid nicht auf dem Filter zu trocknen und zu wägen, sondern dasselbe nach dem Waschen mit 96procentigem Alkohol in heissem Wasser wieder zu lösen, die Lösung in einer Platinschale einzudampfen und bei 120° zu trocknen. Vortheile sollen sein: das Fortfallen der doppelten Wägung des Filters und event. Reduction des Kaliumplatinchlorids bei unvorsichtigem Trocknen, Beseitigung unlöslicher Verunreinigungen, wie Platinchlorür etc.

Lenze.

Zum Nachweis der Blausäure in forensen Fällen, von F. Filsinger (*Chem.-Ztg.* 20, 303). Es wird ein Vergiftungsfall mitgetheilt, in dem 10 Tage nach dem Tode die Vergiftung durch Blausäure bezw. Cyankalium noch sicher an Leichentheilen nachgewiesen werden konnte. Die Untersuchung geschah, nach Feststellung der Abwesenheit ungiftiger Cyanide, Ferro- und Ferri-Cyankalium, nach den Angaben von Dragendorff (*Gerichtl. chem. Ermittlg. v. Giften* S. 70) durch Destillation im Wasserbade nach dem Ansäuern mit Weinsäure. Die fractionirt aufgefundenen Destillate wurden mittels der Berlinerblau-, Rhodan- und Schönbein'schen Guajak-Kupferreaction geprüft. In den Magen- und Mageninhalt-Destillaten wurde nach allen 3 Methoden das Vorhandensein von Blausäure nachgewiesen, die Destillate des Dünndarms und seines Inhaltes gaben nur mit dem Schönbein'schen Reagens eine deutliche Reaction.

Lenze.

Die elektrolytische Bleibestimmung und ihre Beeinflussung durch die Gegenwart von Arsen, Selen, Mangan, von B. Neumann (*Chem.-Ztg.* 20, 381—383). Bei Ermittlung des Beigehaltes in Bleiglanz, Hüttenproducten und Legirungen hat sich die elektrolytische Bestimmung des Bleies als Superoxyd in salpetersaurer Lösung (siehe Luckow, *Dingl. Polyt. Journ.* 1865, 177 u. 178 und Schucht, *Z. anal. Chem.* 22, 487) infolge ihrer Einfachheit und Genauigkeit als ein werthvolles Hilfsmittel erwiesen. Der Gehalt an freier Salpetersäure muss hierbei mindestens 10 pCt. betragen. Die besten Bedingungen sind eine Stromdichte von 1—2 Amp. pro 100 qcm Anodenfläche und eine Spannung von 2.3—2.7 V. Man elektrolysiert bei ge-

wöhnlicher Temperatur oder bei 60—70°. Als Anode benutzt man eine Platinschale. Das abgeschiedene Bleisuperoxyd wird bei ca. 180° getrocknet und als PbO_2 gewogen. — Löst man die betr. Substanz in Salpetersäure, filtrirt die unlösl. Theile (Gangart u. s. w.) und elektrolysirt das Filtrat, so findet gleichzeitig eine Trennung von den meisten anderen Metallen statt, welche theils in Lösung bleiben, theils sich an der Kathode niederschlagen. Die Abscheidung von Silber und Wismuth an der Anode verhindert man möglichst dadurch, dass man sich einer stark salpetersauren Lösung (ca. 20 pCt.) bedient. Störend wirkt bei der elektrolytischen Bleibestimmung ein grösserer Gehalt des Erzes an Arsen, und zwar wird die Bestimmung in der Weise durch dasselbe beeinflusst, dass bei gleichem Strom mit steigender Arsenmenge die Abscheidung von PbO_2 zurückgeht oder ganz verschwindet. Verminderung der Salpetersäure erhöht den Einfluss des Arsens. Ist alles Arsen an die Kathode gegangen, so wandert das gleichzeitig an derselben abgeschiedene Blei bei fortgesetztem Durchleiten des Stromes an die Anode und schlägt sich dort als PbO_2 nieder. Bei genügend langer Strom-Dauer und genügender Säuremenge kann also trotz eines Arsengehaltes alles Blei als Superoxyd gefällt werden, vorausgesetzt, dass die Arsenmengen nicht zu gross sind (nur Bruchtheile eines Procentes). Ganz analog wirkt Selen, doch scheint bei gleichen Mengen die störende Wirkung des Arsens grösser zu sein, als die des Selens. Bei Gegenwart von Mangan, das sich nach den Angaben von Schucht bei der Elektrolyse in salpetersaurer Lösung niederschlägt, sobald der Säuregehalt 3 pCt. nicht übersteigt, erhält man brauchbare Resultate, sobald man bei genügendem Säuregehalt in der Wärme (70°) und mit starken Strömen arbeitet, vorausgesetzt ist auch hier, dass der Mangan Gehalt des Bleiglanzes kein zu hoher ist. (Verf. erhielt bei einem Gehalt von 3 pCt. noch genügend genaue Resultate.)

Lenze.

Waschapparat für die Salpeter-Stickstoffbestimmung nach G. Kühn, von O. Förster (*Chem.-Ztg.* 20, 383). Der Apparat ist eine Modification des von J. Kjeldahl für seine Stickstoffbestimmungsmethode vorgeschlagenen Waschapparates (*Chem.-Ztg.* 12, Repert. 238). Beschreibung und Zeichnung siehe im Orig.

Lenze.

Zur colorimetrischen Bestimmung kleiner Eisenmengen mit Hilfe von Rhodankalium, von A. Bornträger (*Chem.-Ztg.* 20, 398—399). Das angegebene colorimetrische Verfahren dient zur Bestimmung von Eisen in Weinen. 100 ccm des Weines werden zur Trockne gebracht, der Rückstand verascht, mit Wasser und 5 ccm Salzsäure (spec. Gew. 1.1) aufgenommen und die Lösung auf 100 ccm aufgefüllt. Die Flüssigkeit wird danach mit $\frac{1}{10}$ Vol. einer 10proc. Rhodankaliumlösung versetzt und ihre Färbung mit der eines Gemisches aus $\frac{1}{10}$ Vol. derselben Rhodankaliumlösung und 1 Vol. einer Eisenchloridlösung verglichen, welche 0.01 g Eisen im Liter enthält.

[61*]

Enthält der Wein weniger als 0.0005 g Eisen in 1 L, so wird die Asche von 200, 300, 500 ccm desselben mit 5 ccm Salzsäure aufgenommen und die Lösung auf 100 ccm gebracht, wobei das Resultat durch 2, 3, 5 zu dividiren ist. Zu der colorimetrischen Prüfung wurden gleichweite Cylinder aus weissem Glase verwandt, welche auf weisse Unterlage gestellt wurden, um bei durchfallendem Licht die Intensität der Farbe zu bestimmen. Die stärker gefärbte Lösung wurde alsdann mit soviel Wasser versetzt, bis sie auf Zusatz von $\frac{1}{10}$ Vol. der Rhodanlösung dieselbe Färbung gab, wie die weniger gefärbte Lösung. Aus dem bekannten Eisengehalt der typischen Eisenchloridlösung und dem Grade der Verdünnung wird der Eisengehalt der Weine berechnet. — Versuche über die Beeinflussung der Farbreaction von Eisenchlorid und überschüssigem Rhodankalium durch Salzsäure einerseits und Chlorcalcium und Chlorkalium, welche sich in dem salzs. Auszug der Weinasche vorfinden, andererseits haben gezeigt, dass Mengen, wie sie von jenen Substanzen bei der angegebenen Methode in Betracht kommen, die Ergebnisse der colorimetrischen Prüfung nicht merklich beeinflussen.

Lenze.

Die Trockensubstanzbestimmung in Wässern und die Massenuntersuchung von Trinkwässern, von O. Eberhard (*Chem.-Ztg.* 20, 480). Um den Uebelstand zu beseitigen, dass die Trockensubstanz Feuchtigkeit anzieht, bedient sich Verf. eines für die Schale passenden Wägeggläschens, das aus zwei genau über einander passenden Abdampfschalen besteht. Wägegglas und Schale werden bei offenem Deckel bei 150° getrocknet, der Glasdeckel aufgesetzt und das Ganze zum Erkalten in einen Exsiccator gestellt. Nach dem Erkalten bleibt es 1—2 Min. an der Luft stehen und wird dann gewogen. In gleicher Weise wird nach dem Abdampfen des Wassers verfahren. Weiter giebt Verf. die Bestimmungen an, welche sich nach seinen Erfahrungen bei schnell auszuführenden Massenuntersuchungen als nothwendig erwiesen haben.

Lenze.

Technische Methode zur Bestimmung der freien Fettsäuren in Fetten und Oelen, von W. Waltke & Co. [St. Louis] (*Chem.-Ztg.* 20, 480). Die Mittheilungen beziehen sich vor allem auf die Untersuchung von Cocosnussöl. Um genügende Resultate bei Ermittlung des Gehaltes an freien Fettsäuren zu erzielen, ist es unbedingt nothwendig, das mittlere Molekulargewicht derselben zu bestimmen. Die zur Bestimmung des Erstarrungspunktes nach Delican abgetrennten und von Schwefelsäure und Wasser befreiten Fettsäuren werden zu diesem Zweck in Alkohol gelöst und mit $\frac{n}{5}$ -Natronlauge anstatt mit Normalnatronlauge titirt, da bei Anwendung der letzteren infolge des hohen Molekulargewichtes der Fettsäuren der analytische Fehler zu hoch ausfallen könnte.

Lenze.