

zum geringen Theil Chlorate und Bromate sich bilden, während Jodide sich ohne Schwierigkeit vollständig in Jodate überführen lassen; eine Bildung von Perchloraten bezw. Perjodaten war aber in keinem Falle nachzuweisen.

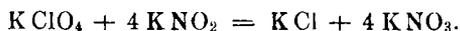
Diese Beobachtung steht in auffallendem Gegensatz zu den Wirkungen, welche die Natur hervorzubringen im Stande ist. In den Salpeterlagern Chile's finden sich neben Chloraten nicht unbeträchtliche Mengen von Perchloraten, deren Bildung auf die Thätigkeit von Organismen zurückzuführen ist; diese sind also im Stande, die Chloride in ihre höchste Oxydationsstufe überzuführen, während es uns durch starke chemische Mittel, durch das besonders in saurer Lösung durch Ozonentwicklung so heftig oxydirend wirkende Persulfat nur gelang, selbst bei Gegenwart überschüssiger Silbersalze, Chlorate, Bromate bezw. Jodate zu erzeugen, ohne auch nur eine Spur von Perchloraten oder Perjodaten zu erhalten.

Heidelberg, Laboratorium von Prof. M. Dittrich.

#### 116. M. Dittrich und H. Bollenbach: Ueber eine neue Methode der Analyse von Perchloraten.

(Eingegangen am 25. Januar 1905.)

Für die Analyse von Perchloraten bezw. ihre Bestimmung in dem für landwirthschaftliche und manche technische Zwecke wichtigen Salpeter sind eine ganze Reihe zum Theil etwas umständlicher Methoden vorgeschlagen worden, welche alle darauf hinausgehen, das Perchlorat zu Chlorid zu reduciren. Erst kürzlich ist von H. Lemaître<sup>1)</sup> zur Bestimmung des Natriumperchlorates im Handelssalpeter empfohlen worden, den Salpeter mit trockenem Natriumsulfit zu schmelzen. Versucht man diese Reaction auf reines Perchlorat anzuwenden, so treten leicht Explosionen ein, welche die ganze Masse aus dem Tiegel herausschleudern. Weit ruhiger und doch intensiv genug verläuft die Reaction, wenn man Kalium- oder Natrium-Nitrit als Reduktionsmittel anwendet. Die daselbst stattfindende Umsetzung erfolgt nach der Gleichung:



Zu diesem Zweck giebt man in einen grösseren Platin- oder auch Nickel-Tiegel erst eine Schicht gepulverten, reinen, chlorfreien Natriumnitrits und auf dessen Mitte die abgewogene, zu untersuchende Substanz,

<sup>1)</sup> Mon. scient. [4] 18, I, 253 - 254. Chem. Centralblatt 1904, I, 1427.

indem man sorgfältigst vermeidet, etwas davon an die Tiegelwandungen zu bringen, da sonst leicht durch kleine Explosionen Verluste entstehen können. Zum Schluss überschichtet man alles mit weiterem Nitrit — im ganzen verwendet man etwa 6 g Kaliumnitrit — und erwärmt den Tiegel anfangs gelinde. Wenn alles geschmolzen ist, erhält man die Masse bei möglichst niedriger Temperatur etwa eine halbe Stunde im Fluss und laugt nach dem Erkalten die Schmelze mit warmem Wasser aus. Zur Lösung fügt man Silbernitrat, säuert mit Salpetersäure gut an und verjagt die reichlich entweichende salpetrige Säure durch Erwärmen auf dem Wasserbade. Das ungelöst bleibende Chlorsilber wird in der üblichen Weise bestimmt.

Analyse von Kaliumperchlorat,  $\text{KClO}_4$ . Chlorgehalt: 25.57 pCt.  
 0.3924 g Sbst.: 0.4070 g AgCl, 0.1006 g Cl = 25.64 pCt. Cl. — 0.4436 g Sbst.: 0.4574 g AgCl, 0.1131 g Cl = 25.49 pCt.

In gleicher Weise lässt sich auch das im Salpeter enthaltene Perchlorat bestimmen, indem man ein oder mehrere Gramm Salpeter mit etwa der sechsfachen Menge Nitrit eben schmilzt. Zwar kann auch durch directes Erhitzen des Salpeters das darin enthaltene Perchlorat in Chlorid übergeführt werden, allein dazu ist eine wesentlich höhere Temperatur als bei dem angegebenen Verfahren nöthig, und es dürfte auch leicht eine Verflüchtigung des gebildeten Alkalichlorides möglich sein und die Perchloratbestimmung unsicher machen; deshalb sind Zusätze von Braunstein u. dergl. empfohlen worden, welche die Zersetzung des Perchlorates erleichtern sollen.

Diese Reactionen beruhen alle auf der gleichen wie die oben beschriebene: Durch das starke Erhitzen von Salpeter bildet sich unter Sauerstoffabgabe Nitrit, und Letzteres kann erst auf das Perchlorat in der angegebenen Weise reducierend einwirken.

Heidelberg, Laboratorium von Prof. M. Dittrich.

### 117. S. Gabriel: Zur Geschichte des Amino-acetons.

[Aus dem I. Berliner Universitätslaboratorium.]

(Eingegangen am 8. Februar 1905.)

Bei dem Studium der Einwirkung von Aminoaceton auf Benzaldehyd hat Th. Alexander<sup>1)</sup> nur die von mir und G. Pinkus<sup>2)</sup> gemachten Angaben über die Darstellung des Aminoacetonchlorhydrats berücksichtigt und übersehen, dass ich selbst dies Salz inzwischen völlig rein erhalten und analysirt habe<sup>3)</sup>. —

<sup>1)</sup> Monatsh. für Chem. **25**, 1074 (Chem. Centralbl. **1904**, II, 1659).

<sup>2)</sup> Diese Berichte **26**, 2198 [1893].

<sup>3)</sup> S. Gabriel und J. Colman, diese Berichte **35**, 3805 [1902].