

Verschwinden der alkalischen Reaktion. Das so erhaltene Filtrat übersättigt man vorsichtig im bedeckten Becherglase mit Salzsäure, kocht, um die Kohlensäure aus der Lösung zu verjagen, und verdampft schließlich unter Zugabe von Salzsäure, wenn Kieselsäure dem Sulfid beigemischt ist. Diese wird nach dem Abdampfen der Lösung abfiltriert. Sollte dem Sulfid keine Kieselsäure beigemischt sein, so fälle man das Sulfat, ohne die Lösung vorher abzdampfen, heiß mit kochender Bariumchloridlösung. Bei der obigen Arbeit wurde der Tiegel nach Löwe in das Loch einer schräg gestellten Asbestscheibe gebracht und dort erhitzt, um zu vermeiden, daß die von der Leuchtgasflamme herrührenden Oxydationsprodukte des Schwefels in den Tiegel gelangten.

Durch diese Methode habe ich bequemer] und schneller als mit den bekannten Methoden sehr gute Resultate erzielt, was die als Beispiele angegebenen Analysenzahlen beweisen:

I. Analyse von Kupferkies. Nach meiner Methode: 0.5000 g des Minerals gaben 1.2401 g  $\text{BaSO}_4$ , d. h. 0.1699 g S = 33.98 %. Nach der Böckmannschen Methode: 0.5000 g des Minerals gaben 1.2385 g  $\text{BaSO}_4$ , d. h. 0.16977 g S = 33.95 %.

II. Analyse von Pyrit. Nach meiner Methode: 1 g des Pyrits ergab 3.8710 g  $\text{BaSO}_4$ , d. h. 0.5316 g S = 53.16 %. Nach der Methode von Fresenius: 0.2500 g des Pyrits ergaben 0.9660 g  $\text{BaSO}_4$ , d. h. 0.1326 g S = 53.04 %.

III. Analyse von  $\text{HgS}$ . Nach meiner Methode: 1 g des Sulfids ergab 1.033 g  $\text{BaSO}_4$ , d. h. 0.1375 g S = 13.75 %. Nach der Methode des Erhitzens mit Kaliumchlorat und konzentrierter Salpetersäure: 0.2024 g des Sulfids gaben 0.2010 g  $\text{BaSO}_4$ , d. h. 0.02760 g S = 13.65 %.

Für die Ausführung zahlreicher Analysen verschiedenartiger Sulfide bin ich meinem Assistenten, Hrn. M. Marangos, zu Dank verpflichtet.

### 117. A. H. Fiske: Eine neue Silberspirale zur Verwendung bei der organischen Elementaranalyse.

[Aus dem Chem. Laborat. des Harvard-College, Cambridge, Mass., U. S. A.]

(Eingegangen am 16. Februar 1912.)

Die Verwendung einer aus Silberblech hergestellten Rolle für die Verbrennung halogenhaltiger organischer Verbindungen nach Liebig ist zuerst von Kraut<sup>1)</sup> vorgeschlagen worden; später zeigten dann V. Meyer und Wachter<sup>2)</sup>, daß die Verwendung von Bleichromat allein nicht ausreicht, um sämtliches Halogen im Rohr zurückzuhalten.

<sup>1)</sup> Fr. 2, 247 [1863].

<sup>2)</sup> B. 25, 2632 [1892].

Von der Überlegung ausgehend, daß — gleichgültig, ob man nun die betreffende Rolle aus Silberblech herstellt oder eine entsprechende Spirale aus Silberdraht anwendet —, doch immer nur ein Teil der Oberfläche des Metalls zur Wirksamkeit gelangen kann, kam ich auf den Gedanken, für die Absorption des Halogens ein Silberdrahtnetz zu benutzen, bei welchem sich der erwähnte Übelstand nicht geltend machen kann.

Zweck der vorliegenden Notiz ist es, die Brauchbarkeit des neuen analytischen Hilfsmittels darzutun und zu zeigen, wie man sich ein für den in Rede stehenden Zweck vollkommen ausreichendes, nur versilbertes Metallgeflecht leicht und einfach selbst herstellen kann.

Man nimmt ein gewöhnliches Kupferdrahtnetz, das man sorgfältig reinigt und dann in eine Silbernitrat-Lösung hineinstellt, bis es sich gleichmäßig mit metallischem Silber überzogen hat. Hiernach wird die Spirale so lange in der Gebläseflamme erhitzt, bis der Überzug gerade zu schmelzen anfängt. Läßt man die Kupferspirale nur zur Hälfte in die Silberlösung eintauchen und behandelt sie dann vor dem Reduzieren in derselben Weise, wie oben beschrieben, weiter, so gewinnt man eine metallische Vorlage, die gleichzeitig als Silber- und als Kupferspirale wirkt<sup>3)</sup>.

Für das befriedigende Funktionieren der nach meinem Verfahren hergestellten Spiralen mögen die nachstehenden Analysenzahlen als Beleg dienen, die bei der Verbrennung zweier Substanzen mit 80.11 bzw. 85.90 % Brom erhalten wurden.

0.3053 g Subst.: 0.1178 g CO<sub>2</sub>, 0.0265 g H<sub>2</sub>O.  
 C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>O<sub>3</sub>Br<sub>7</sub>. Ber. C 10.51, H 0.73.  
 Gef. » 10.52, » 0.97.

0.3359 g Subst.: 0.1166 g CO<sub>2</sub>, 0.0150 g H<sub>2</sub>O.  
 C<sub>5</sub>HO<sub>2</sub>Br<sub>7</sub>. Ber. C 9.20, H 0.15.  
 Gef. » 9.47, » 0.50.

### 118. C. Loring Jackson und E. K. Bolton: Über Octojodchinhydron.

(Eingegangen am 16. Februar 1912.)

Im Zusammenhang mit der Untersuchung von H. A. Torrey und W. H. Hunter über Jod-anil haben wir das Octojodchinhydron dargestellt.

Das erforderliche Jod-anil bereiteten wir uns nach der von den genannten Verfassern angegebenen Methode; obgleich unser Präparat schon bei 265° (unter Zersetzung) schmolz, war es, wie die folgende Analyse zeigt:

<sup>3)</sup> Über Fälle, in welchen eine derartige Kombination zweckmäßig sein kann, vergl. z. B. Zincke und Kegel, B. 23, 246 [1890].