Zur maassanalytischen Bestimmung des Thymols.

(Briefliche Mittheilung.)

Von

Dr. Emil Zdarek.

In Bezug auf meine Publication: »Eine Methode zur maassanalytischen Bestimmung des Thymols«¹⁾ wurde ich von Herrn Professor Dr. G. Vortmann darauf aufmerksam gemacht, dass das Princip dieser Methode bereits in seinem Lehrbuche: »Anleitung zur chemischen Analyse organischer Stoffe« angeführt ist. Es gebührt demnach Herrn Professor Dr. G. Vortmann diesbezüglich die Priorität.

Wien, 28. August 1902.

Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie.

I. Allgemeine analytische Methoden, analytische Operationen, Apparate und Reagentien.

Von

W. Schranz.

Ueber die Verwendung des metallischen Natriums in der Löthrohranalyse berichtet Ch. Lathorp Parsons²⁾. Die Einführung des Natriums zu analytischen Reductionen rührt von W. Hempel³⁾ her, welcher ein besonderes Verfahren angibt, da nach seinen Erfahrungen die Verwendung von Holzkohle keine guten Resultate lieferte. Parsons führt aus, dass das Verfahren von Hempel unnöthig sei, und Holzkohle sehr wohl verwendet werden kann. Des Verfassers Arbeitsweise ist folgende:

Ein kleines Stückchen Natrium, etwa 3—4 mm im Durchmesser, wird flach ausgehämmt, die Substanz darauf ausgebreitet und durch Hämmern in das Natrium gepresst. Die Mischung wird zu einem Kügelchen geformt und dieses in eine in Holzkohle gebohrte,

1) Diese Zeitschrift **41**, 227.

2) The Journal of the American chemical Society, **23**, 159.

3) Vergl. diese Zeitschrift **38**, 444.

schwache Vertiefung gebracht, worauf man es mit einem Streichholz oder Bunsenbrenner entzündet. Die Entzündung und Reduction vollzieht sich unter plötzlicher Feuererscheinung und ist augenblicklich beendet. Der Rückstand wird noch vor dem Löthrohr erhitzt, bis Natriumoxyd und -hydroxyd in der Kohle verschwunden sind, während schmelzbare Metalle ein Kügelchen gebildet haben, das in üblicher Weise untersucht werden kann. Zink gibt den charakteristischen weissen Beschlag in überraschender Schärfe; auf Schwefel prüft man in der Weise, dass man von der Kohle etwas mit Wasser behandelt und ein blankes Stück Silber in die wässrige Lösung bringt.

Bei Mineralien sind die Ergebnisse weniger scharf wie bei Salzen und Oxyden. Galenit gibt sofort ein Bleikügelchen, das in der oxydirenden Flamme den bekannten Oxydbeschlag ohne Beimischung von Bleisulfat liefert. Garnierit gibt einen Rückstand von Silicium und Nickel. Chrysokoll und Kassiterit geben Kügelchen von Kupfer, respective Zinn, Chromit wird sofort reducirt. Das Eisen kann aus dem Rückstand mit dem Magneten entfernt werden. Schwefelverbindungen werden gleichfalls sofort reducirt; auf Schwefel und Basen prüft man in üblicher Weise.

Ueber einige Reactionen von Ammoniumsalzen berichten Hodgkinson und Bellairs¹⁾. Die Verfasser haben die Einwirkung von Metallen auf schwefelsaures und salpetersaures Ammon untersucht und kommen zu dem Resultate, dass, wenn die genannten Salze im geschmolzenen Zustande mit Metallen behandelt werden, diese Ammoniak austreiben und mit dem Säurerest die entsprechenden Salze liefern. Die Resultate sind ausserordentlich auffallend und haben Watson Smith²⁾ veranlasst seine eigenen Erfahrungen, insbesondere in Bezug auf das normale schwefelsaure Ammonium, mitzuthellen. In erster Linie wird daran erinnert, dass das normale Ammoniumsalz als solches gar nicht schmilzt, und dass bei 160° eine allmähliche Zersetzung unter Abspaltung von Ammoniak eintritt, so dass saures schwefelsaures Ammon entsteht. Ausserdem entsteht in kleinerer Menge schweflige Säure, welche nur durch eine Reduction gebildet werden kann. Die Reduction erfolgt, wie Smith nachgewiesen hat, durch das entstehende Ammoniak, welches seinerseits unter Abscheidung von Stickstoff Wasser bildet. Bei höherer Temperatur, 430—450°, verlaufen die Processe natürlich viel rascher.

1) Journ. of the soc. of chem. industry **14**, 571.

2) Journ. of the soc. of chem. industry **14**, 629.