auch die zum Titiren benutzte Salzsäure gewichtsanalytisch mit Silberlösung auf ihren Gehalt geprüft. Sie fanden den Titer aus den Bestimmungen mit Kalkspath gegenüber dem aus den Bestimmungen mit kohlensaurem Natron etwas zu hoch, konnten aber auch bei genauer Untersuchung keinen fremden Körper in einem der Carbonate finden, der die Differenz verursachte. In einer Nachschrift weisen sie darauf hin, dass nach einer neuen Bestimmung des Atomgewichts des Calciums von T. W. Richard's¹⁾ das Moleculargewicht des kohlen sauren Kalks nicht 100,00, sondern 100,13 sein müsste. Unter Berücksichtigung dieses Umstandes klären sich die erwähnten Differenzen auf.

Zur Herstellung von Nessler'schem Reagens empfiehlt Winkler²⁾ 10 Theile Mercurijodid, 5 Theile Kaliumjodid, 20 Theile Natriumhydroxyd und 100 Theile Wasser in der Art anzuwenden, dass das Quecksilberjodid mit Wasser angerieben und in eine Flasche gespült wird, in die man dann auch das Jodkalium gibt. In dem Rest des Wassers wird das Aetznatron gelöst und dann die Lauge nach dem Erkalten gleichfalls in die Flasche gegossen.

Ueber die Anwesenheit von Wasser und Alkohol in Chloroform berichten Béhal und François³⁾. Zum Nachweis von Wasser wird das Chloroform so weit abgekühlt, dass sich Krystalle bilden, worauf man von diesen abgiesst und an die Stellen, wo sich weisse Flecken gebildet haben, etwas gelbes Quecksilber-Ammoniumjodid gibt. Das gelbe Salz wird bei Gegenwart von Wasser deutlich roth.

Den etwa vorhandenen Alkohol bestimmen die Verfasser in folgender Weise: 10 cc Chloroform werden zunächst mit 4, dann noch dreimal mit je 2 cc concentrirter Schwefelsäure im Scheidetrichter gewaschen. Die saure Lösung wird mit 40 cc Wasser verdünnt und von dieser werden 20 cc langsam in 20 Minuten abdestillirt. 5 cc des Destillates werden alsdann mit 2 cc Schwefelsäure versetzt und im kochenden Wasserbade mit Kaliumbichromatlösung (16,97 g im Liter) titirt, bis die anfänglich blaue Farbe in grünlich-gelb umschlägt. Käufliches Chloroform soll 3,75—12,5 per Mille Alkohol enthalten.

1) Ueber dieselbe wird in Kürze berichtet werden.

2) Pharm. Centralhalle **41**, 296.

3) Journ. de Pharm.; durch Zeitschr. d. allg. österr. Apoth.-Vereins **51**, 397.

J. C. Huxley Brooks¹⁾ benutzt zum Nachweis von Wasser in Chloroform und Aether das Kaliumbleijodid PbJ_2 , 2 KJ, das sich durch Wasser gelb färbt.

Zur Darstellung des Doppelsalzes löst man 1 g Bleinitrat in 10 cc Wasser und setzt so viel einer gesättigten Kaliumjodidlösung zu, dass der gebildete Niederschlag sich eben wieder löst. Nach einiger Zeit fällt das Doppelsalz aus. Man giesst die überstehende Lösung schnell ab, übergiesst mit 10 cc absolutem Alkohol, wodurch Kaliumjodid entfernt wird. Die weissen seideglänzenden Krystalle müssen über Calciumchlorid aufbewahrt werden.

II. Chemische Analyse anorganischer Körper.

Von

H. Weber.

Die maassanalytische Bestimmung der phosphorigen Säure bewirkt O. Kühling²⁾ mit Hülfe von Permanganat.

Erhitzt man eine wässrige Lösung von phosphoriger Säure mit oder ohne Zusatz von Schwefelsäure, so vollzieht sich die Oxydation mittelst Permanganats selbst bei reichlichen Schwefelsäuremengen unter Abscheidung von Braunstein. Enthält die Lösung aber grössere Schwefelsäuremengen, so geht die Umsetzung ganz wie bei den Volhard'schen Methoden nicht quantitativ im Sinne der unten angegebenen Gleichung vor sich, während bei Anwesenheit geringerer Schwefelsäuremengen der gebildete Braunsteinniederschlag sich nicht absetzt. Dieser letztere Uebelstand lässt sich durch Zusatz von Zinksulfat beseitigen.

Die Oxydation der phosphorigen Säure geht auch bei höheren Temperaturen nicht momentan vor sich, sondern erfordert stets längere Zeit. Es ist deshalb zwecklos, die Operation in der Siedehitze vorzunehmen; man arbeitet besser — auch zur Vermeidung auftretenden Stossens — bei Wasserbadtemperatur. Die Beendigung der Reaction lässt sich an der bleibenden Rothfärbung erkennen; es darf jedoch, da die zur Umsetzung nöthige Zeit in demselben Maasse wächst, in welchem

¹⁾ Pharm. Centralhalle **39**, 509.

²⁾ Ber. d. deutsch. chem. Gesellsch. zu Berlin **33**, 2914.