Zur Bestimmung von Kali und von Humus im Erdboden hat J. Raulin¹⁾ neue Methoden vorgeschlagen. Die Bestimmung des Kalis gründet Verfasser auf die sehr geringe Löslichkeit des phosphormolybdänsauren Kalis, während die Phosphormolybdate von Natron, Magnesia, Kalk, Eisen, Thonerde mehr oder minder löslich sind, so dass eine vorherige Abscheidung dieser Basen nicht erforderlich ist.

Das erforderliche Reagens bereitet man sich, indem man 100 g krystallisirtes molybdänsaures Ammoniak in so wenig wie möglich Wasser löst, 6,5 g neutrales krystallisirtes, in etwas Wasser gelöstes Ammoniumphosphat zufügt und die Mischung mit Königswasser versetzt. Man erhitzt nun, indem man von Zeit zu Zeit Königswasser zusetzt, bis zur Lösung des Niederschlags. Die Lösung wird zuerst auf freiem Feuer, dann im Wasserbade bei 70° zur Trockne verdunstet. Den trocknen Rückstand erwärmt man mit 400 cc Wasser und 5 cc Salpetersäure und filtrirt das fertige Reagens.

Das zum Auswaschen des Phosphormolybdates erforderliche Waschwasser erhält man durch Lösen von 20 g Natriumnitrat in 1 l Wasser und 2 cc reiner Salpetersäure. Dieser Lösung fügt man, um sie mit Kalium-Phosphormolybdat zu sättigen, noch ungefähr 20 cc des Phosphormolybdänreagens und 1,2 cc einer Lösung zu, welche 80 g Salpeter im Liter enthält, lässt absetzen und decantirt die klare Flüssigkeit.

Zur Ausführung einer Bestimmung verwendet man so viel von der zu prüfenden Erde, dass ungefähr 15 mg wasserfreies Kali zur Abscheidung gelangen. Man bereitet die Lösung, in welcher das Kali bestimmt werden soll, wie gewöhnlich, scheidet den grösseren Theil der Kalk-, Eisen- und Thonerdesalze ab und verwandelt die gelöst bleibenden Salze in Nitrate. Die auf das Volumen von einigen Cubikcentimetern gebrachte Flüssigkeit säuert man leicht mit Salpetersäure an, fügt auf je 10 mg vermuthlich vorhandenen wasserfreien Kalis 4 cc Reagens zu, lässt bei 50° zur Trockne verdunsten, spült hierauf sogleich den Rückstand mit 60 cc des oben beschriebenen Waschwassers auf ein sehr kleines tarirtes doppeltes Filter, wäscht mit dem Waschwasser aus, trocknet bei 50° und wiegt.²⁾ Das Gewicht des Niederschlages gibt nach der Multiplication mit 0,052 das entsprechende Gewicht wasserfreies Kali.

Zur Bestimmung des Humus benutzt Raulin das Permanganat-Verfahren in folgender Form:

¹⁾ Comptes rendus 110, 289.

²⁾ Vorschrift des Originales. Bei Befolgung derselben bleibt in Filter und Niederschlag ein Rest der im Waschwasser gelösten Salze, besonders Natriumnitrat sowie freie Säure. W. L.

In ein Kölbchen von 250 cc Inhalt mit flachem Boden misst man 10 cc einer Lösung, welche 16 g wasserfreies Mangansulfat im Liter enthält, fügt 10 cc einer Lösung von 10 g Kaliumpermanganat im Liter zu und erhitzt einige Augenblicke. Unter Entfärbung der Flüssigkeit scheidet sich braunes Mangansuperoxyd ab. Man setzt nun 100 cc Wasser, 4 cc Schwefelsäure¹⁾ und so viel (genau gemessen) der in geeigneter Weise erhaltenen Humuslösung²⁾ zu, dass zu der Oxydation der letzteren höchstens die Hälfte des vorhandenen Mangansuperoxydes verbraucht wird. Man erhitzt das Gemisch nun acht Stunden lang (ohne Rückflusskühler) zu mässigem Kochen, indem man das verdunstende Wasser wieder erneuert, löst darauf das nicht zersetzte Mangansuperoxyd durch Zusatz von Zehntel-Oxalsäure, titrirt den Ueberschuss der letzteren mit Permanganat zurück und berechnet nach Einstellung der zur Oxydation verwendeten Permanganatlösung auf Oxalsäure diejenige Menge von Cubikcentimetern Oxalsäure, welche ebensoviel Permanganat zur Zerstörung erfordert haben würde, wie der in der Erdprobe vorhanden gewesene Humus. Die so erhaltene Zahl ergibt nach Multiplication mit 0,8 das Gewicht des zur Oxydation des Humus erforderlich gewesenen Sauerstoffs. Das Gewicht des entsprechenden Humus ergibt sich aus der folgenden Tabelle:

50 cc $\frac{1}{10}$ -Oxalsäure auf 10 g trockne Erde berechnet entsprechen								80 mg Humus
100	"	"	"	"	"	"	"	150
200	"	"	"	"	"	"	"	280
300	"	"	"	"	"	"	"	400
400	"	"	"	"	"	"	"	510
500	"	"	"	"	"	"	"	610
600	"	"	"	"	"	"	"	705
700	"	"	"	"	"	"	"	790
800	"	"	"	"	"	"	"	885
900	"	"	"	"	"	"	"	975
1000	"	"	"	"	"	"	"	1060
1200	"	"	"	"	"	"	"	1225
1400	"	"	"	"	"	"	"	1390
1600	"	"	"	"	"	"	"	1560
1800	"	"	"	"	"	"	"	1720
2000	"	"	"	"	"	"	"	1890
2500	"	"	"	"	"	"	"	2315
3000	"	"	"	"	"	"	"	2735

1) welche 150 cc Schwefelsäuremonohydrat im Liter enthält.

2) 10 g Erde werden in bekannter Weise mit Sodalösung ausgezogen.

3500 cc $\frac{1}{10}$ -Oxalsäure	auf 10 g trockne Erde	berechnet entsprechen	3170 mg Humus
4000 "	" "	" "	3605 "
4500 "	" "	" "	4035 "
5000 "	" "	" "	4460 "
5500 "	" "	" "	4890 "
6000 "	" "	" "	5310 "
6500 "	" "	" "	5745 "

Zur Prüfung des Hydrastininum hydrochloricum gibt E. Merck¹⁾ folgende Vorschrift: 0,2 g des Präparates werden in 6 cc Wasser gelöst. Zu dieser Lösung fügt man 6 Tropfen Natronlauge (etwa 1:5). Jeder Tropfen verursacht eine milchweisse Fällung, welche beim Umschütteln verschwindet. Aus dieser Lösung krystallisiert beim Schütteln, rascher nach dem Rühren mit dem Glasstab das freie Hydrastinin aus; setzt man nachträglich noch etwas Natronlauge zu, so ist nach einiger Zeit die Abscheidung eine vollkommene. Das ausgeschiedene Hydrastinin muss rein weiss aussehen, die überstehende Lauge muss klar und fast farblos sein. Säuert man nun mit Salzsäure an, so löst sich das Hydrastinin auf und sofort entsteht wieder der gelbe Farbenton der Lösung.

Präparate, welche in der angeführten Weise mit Natronlauge geprüft milchweisse Fällungen geben, die beim Umschütteln nicht völlig verschwinden, sondern eine trübliche Flüssigkeit zeigen, sowie solche, die nach der Krystallisation des Hydrastinins trübe oder gar gefärbte Mutterlaugen geben, sind zu verwerfen, denn sie enthalten fremde Beimengungen.

3. Auf gerichtliche Chemie bezügliche Methoden.

Von

W. Lenz.

Nachweis von Arsen. Flückiger²⁾ hat seinerzeit das Quecksilberchlorid (an Stelle des überaus empfindlichen Silbernitrate) zur Erkennung von Arsenwasserstoff empfohlen. Dieser Empfehlung tritt nun Paul Lohmann³⁾ bei, indem er das Quecksilberchlorid zum Arsennachweise sogar noch vor dem Silbernitrat bevorzugt, weil die Reaction mit Quecksilberchlorid nicht so sehr durch Licht und andere

¹⁾ Merck'scher Jahresbericht, Januar 1892, Nachtrag.

²⁾ Diese Zeitschrift **30**, 113.

³⁾ Pharm. Zeitung **36**, 748.