spezifischem Gewicht und ebensoviel Bromwasserstoffsäure von 1,3 spezifischem Gewicht oder 1—3 g Ammoniumbromid hinzu und verdampft unter einem Abzug zur Trockne, worauf der Rückstand zur Vertreibung der Ammonsalze schwach gegläht wird. Die zurückbleibenden Alkalisalze werden sodann mit wenig Wasser und etwas Schwefelsäure in einen gewogenen Platintiegel gebracht, in normale Sulfate übergeführt und als solche gewogen. Wie die mitgetheilten Beleganalysen zeigen, ergibt das Verfahren durchweg gute Resultate.

Über die Bestimmung von Aluminium in Silikaten. F. W. Hinrichsen¹⁾ hat in Gemeinschaft mit E. Kedesdy, V. Rodt und F. Thomas bei der Ermittlung des Aluminiumgehalts in feuerfesten Steinen beobachtet, dass die Fällung der Tonerde mit Ammoniak nach dem Aufschluss mit Flusssäure-Schwefelsäure stets kleinere Zahlen ergibt, als nach dem Aufschliessen mit Natriumkaliumkarbonat, und zwar beträgt der Verlust bis zu 30 % der gesamten Tonerde. Dieser erhebliche Fehler, der nur zum geringsten Teil durch einen etwaigen Verlust von Aluminiumfluorid beim Abrauchen mit Schwefelsäure bedingt sein kann, ist hauptsächlich darauf zurückzuführen, dass die letzten Reste der Flusssäure bei Gegenwart von Tonerde äusserst hartnäckig zurückgehalten werden, selbst wenn bis zum Auftreten reichlicher Mengen von Schwefelsäuredämpfen erhitzt wird. Beim Hinzufügen von Ammoniak bildet sich dann im weiteren Verlaufe der Analyse Fluorammonium, das auf Aluminiumhydroxyd in hohem Masse lösend wirkt. Wie sich nämlich gezeigt hat, entsteht in einer mit Flusssäure versetzten Lösung von Aluminiumsulfat mit Ammoniak in der Hitze überhaupt kein Niederschlag, erst beim Abkühlen wird eine kristallinische Fällung erhalten, die aus einem Doppelsalz von Ammonium-Aluminiumfluorid besteht. In welchem Masse Fluorammonium die Aluminiumfällung beeinträchtigt, zeigt eine tabellarisch und in Kurven wiedergegebene Versuchsreihe des Verfassers, bei welcher abgemessene Mengen einer Aluminiumsulfatlösung von bekanntem Gehalt auf Zusatz wechselnder Mengen von Fluorammonium mit Ammoniak gefällt wurden. Es ergab sich ein Ansteigen des Verlustes mit zunehmendem Fluorammoniumgehalt derart, dass eine Lösung von 0,1398 g Tonerde bei Gegenwart von 0,6 g Fluorammonium nicht mehr gefällt wurde.

Zur Entscheidung der Frage, ob beim Aufschliessen feuerfester Steine mit Flusssäure-Schwefelsäure tatsächlich so grosse Mengen von

1) Ber. d. deutsch. chem. Gesellsch. zu Berlin **40**, 1497.

Fluor zurückgehalten werden, dass sie die anfänglich erwähnten Fehler erklären können, wurden abgemessene Mengen Schwefelsäure und Flusssäure bei Gegenwart wechselnder Mengen Tonerde bis zum Entweichen von weissen Dämpfen erhitzt und in der zurückbleibenden Flüssigkeit der Fluorgehalt bestimmt. Es ergaben sich bei Anwendung von 0,159, beziehungsweise 0,318 g Tonerde 0,074, beziehungsweise 0,135 g Fluor. Die Menge des zurückgehaltenen Fluors ist in hohem Grade von der Art des Erhitzens abhängig. Bei starkem allseitigem Erhitzen im Trockenturm, wodurch auch das an die Wandungen des Tiegels sublimierte Aluminiumfluorid durch den Sauerstoff der Luft in Oxyd verwandelt wird, wird der Verlust geringer sein, als wenn die Erwärmung nur von unten erfolgt. Immerhin zeigen die Versuche des Verfassers, dass bei der Aluminiumbestimmung nach dem Aufschluss mit Flusssäure-Schwefelsäure recht erhebliche Fehler vorkommen können, und dieses Verfahren bei der Untersuchung von Silikaten nach Möglichkeit zu vermeiden ist. Falls bei Anwesenheit von Alkalien seine Anwendung unerlässlich ist, muss jedenfalls die Schwefelsäure vollständig eingedampft und der Rückstand schwach geglüht werden, damit man sicher alles Fluor entfernt.

III. Chemische Analyse organischer Körper.

Von

P. Dobriner unter Mitwirkung von **A. Oswald**.

1. Qualitative Ermittlung organischer Körper.

Als Reagens für die Hydroxylgruppe der Phenole und deren Derivate empfiehlt J. Herzog¹⁾ die Urethanbildung derselben mit Diphenylharnstoffchlorid. Das betreffende Phenol wird mit der vierfachen Menge Pyridin und der molekularen Menge Diphenylharnstoffchlorid eine Stunde in einem Kölbchen mit Steigerrohr im siedenden Wasserbade erhitzt; die Lösung wird in Wasser gerührt, das Wasser vom abgeschiedenen Kristallbrei abgossen, dieser getrocknet und aus Ligroin, bei hochmolekularen Substanzen aus Alkohol, umkristallisiert.

Die Reaktion verläuft jedoch nicht glatt bei den Phenolkarbonsäuren; es dürfte die freie Karboxylgruppe einen hemmenden Einfluss ausüben.

¹⁾ Ber. d. deutsch. chem. Gesellsch. zu Berlin **40**, 1831.