Laufende Nummer	Angewandt Desinfectionspulver g	Zeitdauer der Destillation	Zum Destillat zugefügt Brom- lösung ¹⁾ cc	Dauer der Ein- wirkung der Brom- lösung auf das Phenoldestillat cc	Verbraucht Natriumthio- sulfat ²⁾ cc	Gefunden Phenol	
						Gramm	Procente
1	0,5270	30 Min.	25	30 Minuten	22,99	0,01756	3,332
2	0,5366	40 „	25	30 „	19,00	0,019935	3,712
3	0,5262	30 „	25	30 „	25,51	0,01606	3,052

Aus den in der letzten Tabelle zusammengestellten Resultaten geht hervor, dass sich der Zusatz freier Salzsäure empfiehlt. Dass die Resultate auch der ersten beiden Versuche nicht so gut übereinstimmen wie bei dem ersten Desinfectionspulver hat wohl darin seinen Grund, dass das letzt verwandte Pulver neben Phenol nennenswerthe Mengen von Kresolen enthielt. Im Uebrigen dürfte aus den Versuchen mit Desinfectionsmitteln hervorgehen, dass der Phenolgehalt derselben sich nach unserer Methode verhältnissmässig rasch und mit für die Praxis genügend genauer Uebereinstimmung ermitteln lässt.

Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie.

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

Von

W. Fresenius, unter Mitwirkung von **W. Schranz**.

Zur titrimetrischen Trennung von Hydroxyden und Carbonaten sowie von Mono- und Bicarbonaten der Alkalien, alkalischen Erden und der Magnesia hat C. Kippenberger³⁾ Versuche angestellt und dazu eine Anzahl von Farbstoffen als Indicatoren verwendet. Meist

¹⁾ 1 cc = 0,00638 g Br.

²⁾ 1 cc = 0,00304 g Br.

³⁾ Zeitschrift f. angew. Chemie 1894, S. 495

lassen sich dieselben zusammen mit dem gegen Kohlensäure unempfindlichen Methylorange verwenden, was die Operationen häufig einfacher gestaltet. Der Umschlag dieser Indicatoren ist in folgender Tabelle zusammengestellt.

Durch:	Häma- toxylin	Gallein	Al- kannin	Gentiana- blau	Bleu de Lyon	Bleu de Poirrier
Hydroxyd. . . .	blau	blau	blau	dunkelblau	roth	roth
Alkali- { carbonat	} roth	blau allmählich roth werdend	blau	roth	roth	bei conc. Lös.: roth
{ bicarbonat		roth	roth	blau	blau	„ verd. „ blau
Alk.Erd.- { carbonat	} roth	roth	roth	blau	blau	blau
{ bicarbonat		roth	roth	blau	blau	blau
Mag- { carbonat	blau	blau	blau	} blau	roth	} blau
nesium- { bicarbonat	roth	roth	roth		blau	

Hämatoxylin wurde bei kohlensaurer Magnesia und Gemengen von Alkalihydroxyd und -carbonat geprüft. Im ersteren Falle wurden um $\frac{1}{3}$ zu niedrige Resultate gefunden, im zweiten entsteht bei Zusatz des Indicators eine dunkelrothe Mischfarbe, welche, nachdem das Hydroxyd in Salz übergeführt ist, in die das Alkalicarbonat charakterisirende Rothfärbung übergeht.

Gallein färbt eine Mischung von Alkalihydroxyd und -carbonat zwar blau, aber die Rothfärbung tritt beim Zusatz von Säure nicht dann ein, wenn das Hydroxyd in Neutralsalz und das Carbonat in Bicarbonat verwandelt ist, sondern schon früher. Der Verfasser führt dies auf die Bildung von Sesquicarbonat zurück, welches den Umschlag hervorruft. Bei der Verwendung des Galleins darf die Säure nicht zu concentrirt sein, am besten eignet sich $\frac{1}{100}$ Normal-Schwefelsäure. Stärkere Säure ruft Kohlensäureentwicklung hervor, welche störend wirkt, die Resultate sind jedoch auch bei Verwendung dieser verdünnten Säure noch keine sehr gut übereinstimmenden. Phenolphtalein, Alkannin und Bleu de Lyon sind gegen Sesquicarbonat unempfindlich und eignen sich daher besser als Hämatoxylin und Gallein zur titrimetrischen Bestimmung oben genannter Stoffe neben einander. Gentianablau kann nicht wohl bei $\frac{1}{10}$ und $\frac{1}{100}$ Normal-Flüssigkeiten verwendet werden. Seine Brauchbarkeit kann aber bei Flüssigkeiten in der Stärke der Normalflüssigkeiten in Betracht gezogen werden.

Bleu de Poirrier C_4B gibt nach Engel und Ville¹⁾ mit Alkalicarbonat blaue, mit Hydroxyd rothe Färbung. Kippenberger fand, dass

¹⁾ Vergl. diese Zeitschrift 27, 37.

Carbonate in concentrirter Lösung gleichfalls roth färben und wenn die Lösung die Stärke von Normalflüssigkeit hat, tritt Blaufärbung ein. Sesquicarbonat und Bicarbonat zeigen etwas hellere Blaufärbung, Wasser ist nicht ohne Einfluss auf die Färbung und können Flüssigkeiten, die verdünnter als $\frac{1}{10}$ normal sind, nicht titrirt werden. Der Verfasser fand, wie früher auch Lunge, dass mit Bleu de Poirrier stets zu niedrige Resultate erzielt werden.

Indigblauschwefelsäure, welche gleichfalls von Engel und Ville empfohlen ist, ergibt keine genauen Resultate.

Das von Lux¹⁾ empfohlene Flavescin lieferte recht brauchbare Resultate. Der Verfasser verwendet jedoch diesen Indicator nicht allein, sondern, wie bei den vorhergehenden, mit Methylorange zusammen, welches Verfahren den Vorzug hat, dass man nach Ueberführung des Hydroxyds in Neutralsalz und des Carbonats in Bicarbonat kalt zu Ende titriren kann, während nach Lux nach Zusatz von mehr Säure gekocht und nach Austreibung der Kohlensäure mit Lauge bis gelb zurücktitrirt wird.

Die Berechnung bei Anwendung der Titrationsmethode ist einfach. Zuerst wird Hydroxyd und die Hälfte des Carbonats neutralisirt und unter Anwendung von Methylorange dann die zweite Hälfte des Carbonats. Hat man Mono- und Bicarbonat neben einander, so wird wieder die Hälfte des Ersteren bei der ersten Phase und dann die andere Hälfte und Bicarbonat bei der zweiten Phase bestimmt.

Gelöstes Hydroxyd der alkalischen Erden neben Alkalihydroxyd kann in der Weise bestimmt werden, dass man zuerst eine Gesamttitration ausführt und in einer anderen Probe nach Fällung des Hydroxyds der alkalischen Erden mit titrirter Carbonatlösung in einem aliquoten Theil Hydroxyd und Carbonat neben einander wie oben bestimmt. Magnesiumcarbonat lässt sich neben Alkalicarbonat in analoger Weise bestimmen, wenn man unter Erhitzen Alkalihydroxyd zufügt oder Magnesiumcarbonat unter Anwendung von Hämatoxylin titrirt, wobei jedoch nur etwa $\frac{2}{3}$ bestimmt werden.

Ueber Fehlerquellen in der Alkalimetrie berichtet Fr. Scheiding.²⁾ Der Verfasser hebt speciell den Einfluss der Kohlensäure hervor. Er hält es für fehlerhaft, Lauge stundenlang in offener Flasche stehen zu lassen und mit derselben nachher kalte Titrationsen unter Anwendung

¹⁾ Diese Zeitschrift 19. 457.

²⁾ Zeitschrift f. angew. Chemie 1895, S. 78.