Vor die Oeffnung des Kupferrohres stellt man einen Bunsen-Brenner so, dass die Flamme desselben beim Saugen in die Oeffnung eingesaugt wird. Die noch sehr heissen Verbrennungsproducte des Gases werden so mit atmosphärischer Luft gemengt in den Apparat, respective direct zu der zu destillirenden Substanz geführt und bewirken die Destillation. Für diejenigen Fälle, in denen man anstatt eines Gemisches von überhitztem Wasserdampf, Kohlenoxyd und Kohlensäure (wie es die angegebene Vorrichtung liefert) reinen Wasserdampf benutzen muss, empfiehlt Jaffé die Bunsen'sche Gaslampe durch eine Wasserstofflampe zu ersetzen. Zum schnelleren Anwärmen zündet man einen unter der Retorte befindlichen Brenner an, welcher jedoch weggenommen wird, sobald die Destillation sich im Gang befindet. Glycerin, Paraffin, Stearinsäure konnten mit dem beschriebenen Apparat leicht destillirt werden. Die Regulirung der Temperatur geschieht durch Veränderung der Stärke des Wasserstromes der Pumpe und der Höhe der Leuchtgaslampe. Auch die Länge des Metallrohres ist von Einfluss auf die Temperatur. Der Verfasser empfiehlt seinen Apparat namentlich auch zu Glycerinbestimmungen im Rohglycerin. Eine solche Destillation im Kleinen gibt vor allen Dingen ein mit der beim Grossbetrieb zu erwartenden Ausbente gut vergleichbares Resultat.

Ueber das Verhalten der Lösungen des Wasserstoffsuperoxyds, respective über deren Concentration und Reinigung, liegen von Henry P. Talbot und Herbert R. Moody¹⁾ ausführlichere Mittheilungen vor. Diese Autoren haben eine ganze Anzahl käuflicher Wasserstoffsuperoxydlösungen untersucht und darin Verunreinigungen in solchen Mengen gefunden, dass eine Verwendung der Proben zu quantitativen Versuchen von vornherein ausgeschlossen werden musste. Dieselben enthielten Chlor, Schwefelsäure, Phosphorsäure, Kieselfluorwasserstoffsäure, Zucker und Glycerin; letztere jedoch nur in den zu medicinischen Zwecken bestimmten Mustern. Baryt, Kalk, Thonerde und Magnesia wurden ebenfalls nachgewiesen. Die nach dem Verdampfen gewogenen Rückstände betrugen einmal 0,0588 g und einmal sogar 0,4400 g aus 50 cc. Ueber der Flamme erhitzt verloren dieselben einen Theil ihres Gewichtes durch Verbrennen der oben genannten organischen Substanzen.

Zur Reinigung der käuflichen Producte versetzte man dieselben mit 10 Volumprocenten Alkohol und dann mit kohlenäurefreiem Baryt-

¹⁾ Technol. Quarterly 5, 123; von den Verfassern eingesandt.

hydrat in Pulverform, filtrirte unter Anwendung einer Pumpe und fügte zu dem Filtrat Schwefelsäure. Der Verlust an Wasserstoffsuperoxyd soll, wenn man die erste Filtration beschleunigt, gering sein. Das Filtrat von der Schwefelsäurefällung befreit man durch Destillation unter vermindertem Druck von dem Alkohol.

Eine Reinigung durch Eisenchlorid mit darauffolgender Fällung durch Barythydrat ist nicht zu empfehlen, da bei dieser Methode durch die Einwirkung des Eisenoxyds auf das Wasserstoffsuperoxyd zu viel Sauerstoff verloren geht, und diese Reaction auch durch Zusätze, wie Alkohol, Alkoholäther etc. nicht verhindert wird.

Die Concentration der nach obiger Methode gereinigten Wasserstoffsuperoxydlösung lässt sich am besten durch Destillation unter vermindertem Druck (30—40 mm) bewirken, indem, wenn man die Destillation nicht zu weit treibt, nur sehr wenig Wasserstoffsuperoxyd mit in das Destillat übergeht. Die Verfasser bedienten sich hierzu gewöhnlicher Glasapparate in Verbindung mit einer Pumpe. Um ein zu starkes Saugen zu verhindern, liess man durch die zu concentrirende Lösung einen ganz schwachen Luftstrom gehen.

Zusätze wie Schwefelsäure, Borsäure und Phosphorsäure bei der Destillation verhindern, mit Ausnahme der letzteren, eine Zersetzung von Wasserstoffsuperoxyd nicht und diese nur innerhalb bestimmter Grenzen.

Wenn man die Destillation fortsetzt, bis das Wasserstoffsuperoxyd ziemlich concentrirt ist, so gehen erhebliche Mengen mit in das Destillat über und man kann deshalb auch mit Hilfe der Destillation, allerdings unter bedeutendem Materialverlust, eine Reinigung des Wasserstoffsuperoxyds bewirken. Es geht hierbei nur Kieselfluorwasserstoffsäure mit über, welche man mit Barythydrat fällt. Das Filtrat concentrirt man schliesslich wie oben.

Eine andere Reinigungsmethode besteht darin, mit Kalilauge zu neutralisiren, Kieselsäure und Kieselfluorwasserstoffsäure werden hierdurch gefällt. Dieselben werden abfiltrirt und das Filtrat wird nach dem Ansäuern der Destillation unter vermindertem Druck unterworfen.

Die Resultate bezüglich des Verhaltens verschieden concentrirter, neutralisirter und nicht neutralisirter Lösungen während des Aufbewahrens haben die Verfasser in Tabellen zusammengestellt. Aus denselben lässt sich ersehen, dass die neutralisirten Lösungen viel weniger beständig sind als die nicht neutralisirten; ausserdem hielten sich auch die concentrirteren Lösungen weit länger als die weniger concentrirten.

Um Wasserstoffsuperoxyd längere Zeit aufzubewahren, empfehlen die Verfasser die Gefässe gut zu verschliessen und bei niedriger Temperatur vor Licht geschützt stehen zu lassen.

Schliesslich haben Talbot und Moody auch noch die Permanganat-Methode mit der gasvolumetrischen Bestimmung des verwendbaren Sauerstoffs verglichen und dabei gut übereinstimmende Zahlen erhalten.

Zur Prüfung von Chlorwasser bringt L. Winkler¹⁾ 50 g deselben in ein Stöpselglas, in dem sich 0,16 g Jodkalium in wenig Wasser gelöst befinden, und schüttelt. Zeigt sich keine Jodabscheidung, so enthält das Präparat 0,4 % Chlor, behält es Chlorgeruch, so ist es sogar stärker. Ist es zu schwach, so scheidet sich Jod in Pulverform ab, da weder Jodkalium, um es zu lösen, noch auch ein zur Ueberführung des Jods in Chlorjod, respective in Jodsäure, genügender Chlorüberschuss vorhanden ist.

Ueber die Aufbewahrung des Schwefelwasserstoffs in Lösungen haben Salazar und Newman²⁾ eine Anzahl von Versuchen angestellt, deren Ergebniss etwa folgendes ist: Sowohl eine Auflösung von Schwefelwasserstoff in reinem ausgekochten Wasser, als auch eine solche, welche durch Einleiten des Gases in eine Mischung aus gleichen Theilen Wasser und Glycerin hergestellt ist, hält sich um so länger, je weniger sie mit Luft in Berührung kommt, doch ist die Oxydation in der zweiten Lösung eine viel langsamere. Es empfiehlt sich deshalb, wenn die Lösungen längere Zeit aufbewahrt werden sollen, die von Lepage, später auch von Shilton³⁾ vorgeschlagene Mischung als Lösungsmittel zu verwenden.

Licht hat wenig Einfluss auf die Schnelligkeit der Oxydation in beiden Lösungen, doch vollzieht sie sich unter seiner Einwirkung etwas rascher als beim Aufbewahren im Dunklen. Bezüglich der einzelnen Versuche müssen wir auf das Original verweisen.

Auf einen Schwefelsäuregehalt des käuflichen Platinchlorids macht A. F. Holleman⁴⁾ aufmerksam und bemerkt dazu, dass bei

¹⁾ Gyogysz. Közl. Pharm. Zeitung 1892, S. 301; durch Zeitschrift f. angew. Chemie 1892, S. 429.

²⁾ Brochüre: Sur la conservation des dissolutions de l'acide sulfhydrique par les Professeurs A. E. Salazar et Q. Newman de l'école Navale Militaire de Chili, traduit de l'espagnol par Manuel A. Délano, Paris, Imprimerie de la cour d'appel 1892; von den Verfassern eingesandt.

³⁾ Vergl. diese Zeitschrift **29**, 447.

⁴⁾ Chemiker-Zeitung **16**, 35.