Zur Herstellung der Natriumsulphhydratlösung leitet man in 500 cc arsenfreier Natronlauge von 1,3 spezifischem Gewicht Schwefelwasserstoff in so raschem Strome ein, dass durch die stattfindende Wärmeentwicklung eine Abscheidung von neutralem Natriumsulfid verhindert wird. Nach beendeter Sättigung gibt man 500 cc derselben Natronlauge hinzu und bringt das sich hierbei ausscheidende Natriumsulfid in Lösung, indem man sofort einen raschen Strom von Schwefelwasserstoff einleitet. Die Lösung wird alsdann 20 Minuten zum Kochen erhitzt, heiss filtriert und nach dem Erkalten bis zu einem spezifischen Gewicht von 1,220 bis 1,225 verdünnt. Sie ist vor Licht und Luft geschützt in kleinen, wohlgefüllten Flaschen aufzubewahren.

Bei den mitgetheilten Analysen wurden gewogene Mengen von Antimon (0,1—0,5 g), Zinn und Kupfer mit Salpetersäure oxydiert, zur Trockne verdampft und die Rückstände unter Zufügen von etwas Alkali nach obiger Angabe mit einem Gemenge von Natriumsulphhydrat- und Cyankaliumlösung aufgenommen.

Zur Bestimmung des Quecksilbers in Erzen hat A. Eschka¹⁾ eine nach ihm benannte Quecksilberprobe beschrieben, welche darin besteht, dass das mit Eisenfeilspänen gemischte und mit denselben bedeckte Erz in einem Porzellantiegel allmählich bis zum Glühen erhitzt und das entweichende Quecksilber von einem aufgelegten, mit destilliertem Wasser gefüllten Goldtiegel aufgenommen wird.

Dieses einfache und rasch ausführbare Verfahren ist von R. Biewend²⁾ wesentlich verbessert worden, so dass es nunmehr auch gesteigerten Ansprüchen vollkommen genügt. Der Verfasser gibt die folgende Beschreibung des Verfahrens: Die Goldschälchen lassen sich aus einem zu Blech ausgewalzten Goldregulus durch Treiben über einen halbkugelförmigen Kopf mittels eines Hammers unter wiederholtem Ausglühen herstellen. Dieselben können so lange gebraucht werden, bis sie infolge zunehmender Porosität Wasser durchlassen. In diesem Falle müssen sie nach vorherigem starkem Ausglühen durch nochmaliges Treiben wieder gedichtet werden. Man gibt ihnen bei einem Gewicht von 10—12 g eine flache Höhlung von $3\frac{1}{2}$ bis 4 cm Durchmesser und 0,75 cm Tiefe und versieht sie mit einem horizontalen Rande von 0,5 cm Breite, der auf dem Porzellantiegel ruhen und über diesen hinaus etwas vorstehen soll. An diesem überstehenden Rand sollen sich durch die

¹⁾ Diese Zeitschrift **11**, 344 (1872).

²⁾ Berg. und Hüttenmänn. Zeitung **61**, 441.

Fuge zwischen Porzellantiegel und Golddeckel entweichende Quecksilberdämpfe kondensieren. Auch bei grösseren Quecksilbermengen überzieht sich die untere Seite des überstehenden Rands bald mit dem Destillat, namentlich, wenn das Goldschälchen bereits mehrmals gebraucht wurde. Um dieses Quecksilber vor der Einwirkung der Flammengase und der Verdampfung zu schützen, setzt man den Porzellantiegel in eine gelochte, konkave Asbestschale mit flachem Rand. Man hat wohl darauf zu achten, dass sich der Rand des Porzellantiegels ringsum dicht an die Vertiefung des Goldschälchens anlegt und verwendet dann zweckmässig ein für allemal denselben Tiegel.

Das fein gepulverte und über Schwefelsäure getrocknete Probegut wird auf 0,1 mg genau in den tarierten Tiegel eingewogen, wobei zu berücksichtigen ist, dass die mutmaßliche Quecksilbermenge 0,15 g nicht überschreiten darf. Alsdann fügt man das doppelte Volumen an ausgeglühten Kupferfeilspänen hinzu; bei armem Probegut kann dieser Zuschlag an Kupfer auf das einfache Volumen vermindert werden. Nach sorgfältiger Mischung gibt man eine 0,3 bis 0,5 cm hohe Decke von Kupferfeile, welche man wiederum mit einer etwa gleich hohen Schutzdecke von geglühter Magnesia versieht. Diese Decke darf nicht aufgedrückt werden.

Die wirksamste Verbesserung besteht in der Zerlegung der Destillation in zwei Abschnitte unter Anwendung zweier Goldschälchen. Beide Goldschälchen werden vor dem Auflegen wiederholt bis zu konstantem Gewicht ausgeglüht und zusammen mit einem als Unterlage dienenden Porzellantiegel genau tariert. Die erste Destillation wird über einer kleinen, durch einen Schornstein vor Luftzug geschützten Spiritusflamme, deren Spitze den Tiegelboden eben berührt, vorgenommen. Sie dauert 10 Minuten und liefert fast die gesamte Quecksilbermenge. Nach völliger Abkühlung der heissen Masse wird der Golddeckel abgenommen und der zweite aufgelegt. Bei der nun folgenden zweiten Destillation wird der untere Teil des Tiegels unter Anwendung eines Gasbrenners 10 Minuten lang in Rotglut versetzt. Eine nachteilige Wirkung der höheren Temperatur ist hierbei nicht zu befürchten, weil die an dem zweiten Goldschälchen sich ergebende Quecksilbermenge bei richtig geleiteter erster Destillation selten mehr als 2—3 mg beträgt. Zu bemerken ist noch, dass das in die Goldschälchen gebrachte Kühlwasser während der Destillation zu erneuern ist, sobald es zu dampfen beginnt. Nach Beendigung des Versuchs werden die Goldschälchen mit Alkohol und

Äther abgespült, über Schwefelsäure getrocknet und zusammen gewogen.

Zur Kontrolle empfiehlt es sich sehr, die Goldschälchen nach dem Verflüchtigen des Quecksilbers wiederum zu wägen. Das hierbei sich ergebende Gewicht muss mit dem vor der Destillation gefundenen übereinstimmen. Ist jenes höher, so muss das Ausglühen wiederholt werden, ist es hingegen nach Vertreibung des Quecksilbers niedriger, so hat infolge zu schnellen Erhitzens ein Goldverlust stattgefunden.

Der Verfasser erhielt nach vorstehendem Verfahren bei reinem Zinnober, der 86,2 % Quecksilber enthalten soll, nie unter 86,0 %, in der Regel aber 86,10 bis 86,15 % Quecksilber. Ebenso hat sich das Verfahren bei der Analyse des Quecksilberchlorürs und anderer Quecksilberverbindungen bewährt.

IV. Spezielle analytische Methoden.

1. Auf Lebensmittel, Gesundheitspflege, Handel, Industrie und Landwirtschaft bezügliche.

Von

L. Grünhut.

Bei der Bestimmung der Reichert-Meissl'schen Zahl kann — sofern man sich einer alkoholischen Kalilauge zur Verseifung bedient — die bekannte Veränderung der letzteren durch Oxydation beim Aufbewahren wesentliche Fehler bedingen. Nach Versuchen von L. Gadd¹⁾ gab eine Probe Butter, die mit einer in gut verstopfter Flasche aufbewahrten, etwa halbnormalen alkoholischen Kalilauge verseift wurde, bei Wiederholung des Versuches in mehrtägigen Zwischenräumen Reichert'sche Zahlen von 12,2 bis 14,0. Dem gegenüber wurde 3 Wochen später mit einer in lose verstopfter Flasche aufgehobenen, braun gewordenen Lauge 19,1 bis 20,7 erhalten. Sonderbar ist nur, dass bei Parallelversuchen mit festem Stangenkali und Alkohol während der ganzen Versuchsreihe Werte zwischen 15,6 und 16,3 erhalten wurden.

Äthyläther im Branntwein lässt sich nach B. Fischer²⁾ nachweisen, indem man aus 100 cc Branntwein mit aufgesetztem Dephlegmier-

¹⁾ Chem. News 80, 113.

²⁾ Pharm. Zentralhalle 44, 363.