Strahle mit zeitweiser kurzer Unterbrechung zulaufen. In 1—2 Minuten erhält man eine völlig wasserklare Lösung. Man kann aber daraus noch nicht schliessen, dass der Aufschluss bereits ein vollständiger sei, denn in der Regel sind erst etwa 80 % der anwesenden Stickstoffmenge an die Schwefelsäure gebunden. Fügt man nun 15 g Kaliumsulfat hinzu und erhitzt noch etwa 10—15 Minuten zum Kochen, so tritt bald eine Braun-, Braungelb- oder nur Gelbfärbung ein, nach deren Verschwinden der Aufschliessungsprozess bis zur Maximalstickstoffausbeute beendet ist.

Es empfiehlt sich, statt einer Substanzeinwage von 1—2 g eine solche von 5 g zu verwenden, und dann in aliquoten Teilen der erhaltenen Lösung zwei Destillationen auszuführen. Man verfährt dabei in der Weise, dass man 5 g Substanz und 1 Tropfen Quecksilber in einem 500 ccm fassenden, mit Marke versehenen Rundkolben mit 25 ccm 30 % igem Wasserstoffsuperoxyd übergiesst, gut durchschüttelt und dann 40 ccm konzentrierte Schwefelsäure in dünnem Strahle zulaufen lässt. Nach Beendigung der ersten Reaktion erhitzt man 15 Minuten bei voller Flammhöhe, gibt 15—20 g Kaliumsulfat zu und kocht dann noch etwa 45 Minuten. Man lässt nun abkühlen, verdünnt mit Wasser, füllt bis zur Marke auf und nimmt 100 oder 200 ccm zur Ammoniakdestillation.

Wie bei dem Gunningschen Aufschliessungsverfahren, lässt sich auch bei dem Phosphorsäure-Schwefelsäure-Quecksilber-Verfahren Wasserstoffsuperoxyd verwenden, indem man statt der Schwefelsäure eine solche, welche im Liter 200 g Phosphorperoxyd enthält, verwendet.

Für die Aufschliessung der Milch unter Anwendung von Wasserstoffsuperoxyd empfiehlt sich folgendes Verfahren: 50 g Milch und 1 g Quecksilber werden im Aufschliessungskolben mit 25 ccm 30 % igem Wasserstoffsuperoxyd gemischt und die 40 ccm Schwefelsäure unter Kühlung des Kolbens langsam zulaufen gelassen. Man erhitzt dann zum Kochen, erhält darin 15 Minuten, gibt dann nochmals 5 ccm Wasserstoffsuperoxyd und ausserdem 15—20 g Kaliumsulfat hinzu und erhitzt dann weiter bis zum völligen Farbloswerden der Flüssigkeit, was etwa 45—60 Minuten in Anspruch nimmt.

Die Aufschliessung der Futter- und organischen Düngemittel nach dem geschilderten Verfahren mit Wasserstoffsuperoxyd führt nicht nur ebenso sicher wie nach einer der beiden Verbandsmethoden, sondern vor allem schneller zum Ziele und stellt sich, wenn man auch die Wirtschaftlichkeit berücksichtigen will, wesentlich billiger als diese¹⁾.

Das gleiche Prinzip der Zerstörung der organischen Substanz hat A. Wöber²⁾ auch zur quantitativen Bestimmung von Quecksilber in organischen Verbindungen benutzt.

¹⁾ Allerdings nur dann, wenn man laufend so viel Stickstoffbestimmungen auszuführen hat, dass man keine Reste von 30 % Wasserstoffsuperoxyd behält, das sich, angebrochen, unverdünnt nicht aufbewahren lässt. (Schrifttg.) —
²⁾ Ztschr. f. angew. Chem. 33, 63 (1920).

Die Zersetzung der organischen Substanz geschieht mittels konz. Schwefelsäure, der noch 30⁰/₀iges Wasserstoffsuperoxyd (Perhydrol «Merck») zugesetzt wird; auf diese Weise ist die Oxydation sehr rasch vollendet. 0,2—0,5 g fein pulverisierte Substanz übergiesst man in einem 200 ccm fassenden Erlenmeyerkolben mit 5 ccm reiner konz. Schwefelsäure und schüttelt vorsichtig um, bis die Substanz in der Säure gleichmäßig verteilt ist. Der Kolben ist mit einem doppelt durchbohrten Stopfen verschlossen, durch dessen eine Bohrung ein kleiner Tropftrichter führt, während in der zweiten ein gebogenes Glasrohr sich befindet, welches mit einer Péligotröhre verbunden ist, die durch kaltes Wasser gekühlt wird. In letztere gibt man etwa 5 ccm destilliertes Wasser, in den Tropftrichter 0,5—1 ccm Perhydrol. Der Kolben mit Inhalt wird auf 50—60° erwärmt und, nachdem der Brenner entfernt, das Perhydrol tropfenweise langsam hinzugefügt. Hat die Hauptreaktion nachgelassen, so erhitzt man weiter, bis sich im gekühlten Péligotrohr Nebel von SO₂ zeigen und der Inhalt des Kolbens völlig entfärbt ist. Nach dem Abkühlen verdünnt man mit 10 ccm Wasser, nimmt den Kolben ab und fügt zu der gut gekühlten Masse etwa 1 g Natriumchlorid, damit schwer lösliche basische Quecksilbersalze später in Lösung gehen. Zur Zerstörung der noch vorhandenen Sulfomonoperschwefelsäure wird mit starker Natronlauge neutralisiert, der Kolben wieder mit der Apparatur verbunden und 10 Minuten mit kleiner Flamme gekocht. Man lässt erkalten, spült den Inhalt des Kolbens und der Péligotröhre in eine Stöpselflasche und bestimmt das Quecksilber nach der jodometrischen Methode von E. Rupp¹⁾. Es ist hierbei jedoch nötig, die Reduktionsdauer mit Formaldehyd auf 30 Minuten zu verlängern und während dieser Zeit öfters gut umzuschütteln.

A. Oswald.

2. Qualitative und quantitative Analyse.

Die praktische Alkoholometrie bespricht H. P. Barendrecht²⁾. Die grösste Fehlerquelle bei der Bestimmung des Alkohols im Destillat der alkoholischen Flüssigkeiten liegt darin, dass mit dem Alkohol auch andere flüchtige Stoffe in das Destillat gelangen. Es wird nun ein Apparat mit Dephlegmator- und Fraktioniervorrichtung beschrieben, mit Hilfe dessen es möglich ist, aus einem grösseren Volumen der alkoholischen Flüssigkeit den Alkohol durch Destillation direkt auf etwa 50⁰/₀ zu konzentrieren. Bezüglich der Ausführung dieses Apparates im einzelnen muss ich auf das mit einer Abbildung versehene Original verweisen.

A. Oswald.

Ein neues Verfahren zur Bestimmung von Toluol in Handels-toluol beschreibt D. Northall-Laurie³⁾. Es beruht darauf, dass, wenn ein Gemisch zweier chemisch ähnlicher, beliebig miteinander

¹⁾ Vergl. diese Ztschrft. **46**, 440 (1907); Chem. Ztg. **32**, 1077 (1908). — ²⁾ Chem. Weekbl. **12**, 736; durch Chem. Zentrbl. **86**, II, 1228 (1915). — ³⁾ Analyst. **40**, 384 (1915); durch Chem. Zentrbl. **86**, II, 1263 (1915).