lichen Stoff, durch Kochen mit verdünnter Säure in einen das CuO zu Cu^2O reducirenden Körper umzuwandeln. (Ob Inulin?)

7) Mulder's Substanz des hornartigen Pflanzenalbumins. (Cellulose ähnlicher Stoff, in concentrirter Schwefelsäure löslich, durch Wasser daraus fällbar.)

8) Ein dem Cerebrin und der Oleophosphorsäure ähnliches Gemenge.

9) Cellulose.

Wir werden suchen, das Unbestimmte in dem eben Mitgetheilten durch weitere Versuche in Bestimmtes zu verwandeln.

Mittheilungen aus dem Laboratorium der polytechnischen Schule in Hannover;

von

Dr. Carl Kraut.

3. Ueber die Gehaltsbestimmung der Schwefelsäure.

Bekanntlich hat die von Mohr in Vorschlag gebrachte Kleesäure nicht überall die Schwefelsäure als Grundlage der alkalimetrischen Flüssigkeiten zu verdrängen vermocht und Chemiker und Fabrikanten bedienen sich mit Vorliebe der Schwefelsäure. Im Folgenden sollen zwei Methoden beschrieben werden, deren ich mich seit Jahren mit bestem Erfolge bediene, wenn es sich darum handelt, 1) den Gehalt einer bereits verdünnten und zu alkalimetrischen Versuchen bestimmten Schwefelsäure zu ermitteln, und 2) eine alkalimetrische Flüssigkeit von im Voraus zu bestimmendem Wirkungswerth herzustellen.

Um den ersten Zweck zu erreichen, glüht man Bleioxyd unter Umrühren in einem zur Hälfte damit gefüllten Porcellantiegel, bis es eine dunkel-braunrothe Farbe angenommen hat, lässt über Vitriolöl erkalten, wägt und lässt aus der Bürette ein der Grösse des Tiegels ent-

sprechendes, etwa 10 bis 20 C.C. betragendes und genau bekanntes Maass Schwefelsäure einlaufen. Die Gewichtszunahme, welche der Tiegel nach dem Verflüchtigen des Wassers durch Verdunsten und schliessliches Glühen erleidet, giebt mit grosser Genauigkeit den Gehalt der Schwefelsäure an wasserfreier Säure an. Da wohl jeder Chemiker sich der destillirten Schwefelsäure zur Darstellung der alkalimetrischen Flüssigkeiten bedient, so kann ein Gehalt derselben an feuerfesten Bestandtheilen nicht vorkommen und dass diese Methode sonstige Fehlerquellen nicht einschliesst, geht hinlänglich aus der ausgedehnten Anwendung hervor, die Berzelius bei seinen Atomgewichts- und Sättigungscapacitäts-Bestimmungen von derselben machte.

Verdunstet man die Schwefelsäure, deren Gehalt bestimmt werden soll, über einer gewogenen Menge Kochsalz und glüht den Rückstand im verschlossenen Tiegel, zuletzt mit etwas kohlensaurem Ammoniak, so erhält man ein Gemenge von schwefelsaurem Natron und Kochsalz, aus dessen Gewicht, verglichen mit dem Gewicht des angewandten Kochsalzes sich der Gehalt des Gemenges an Schwefelsäure durch bekannte Rechnung ergibt. Löst man den Rückstand im Wasser und ermittelt den noch vorhandenen Kochsalzgehalt durch Silberlösung, so erhält man eine Controle für die Richtigkeit der ersten Bestimmung.

1) 10 C.C. verdünnte Schwefelsäure hinterliessen beim Verdunsten über Bleioxyd 0,199 Grm.

2) 10 C.C. derselben Schwefelsäure über 0,5935 Grm. Kochsalz verdunstet gaben nach dem Glühen des Rückstandes mit kohlensaurem Ammoniak 0,656 Grm. Kochsalz und schwefelsaures Natron. Die Differenz zwischen beiden Zahlen (0,0625), multiplicirt mit dem Atomgewicht der wasserfreien Schwefelsäure (40) und dividirt durch die Differenz zwischen dem Atomgewichte des Chlors und dem Atomgewichte des an die Stelle des Chlors getretenen Atomcomplexes ($\text{SO}_4 - \text{Cl} = 12,5$) (oder multi-

plicirt mit 3,2), giebt den Gehalt der verdünnten Schwefelsäure an Anhydrid zu 0,200 Grm. in 10 C.C. an.

3) 30 C.C. derselben Schwefelsäure über 0,906 Grm. Kochsalz verdunstet gaben 1,095 Grm. Kochsalz und schwefelsaures Natron. Differenz zwischen beiden Wägungen = 0,189, entsprechend 0,6048 Grm. Schwefelsäure oder 0,2016 Grm. in 10 C.C. Zum Ausfällen des Chlors aus dem rückständigen Kochsalz wurden 4,11 C.C. $\frac{1}{10}$ Silberlösung verbraucht, entsprechend 0,02404 Grm. Kochsalz, woraus sich der Gehalt der verdünnten Schwefelsäure an Anhydrid zu 0,2011 in 10 C.C. berechnet.

Die unter 3) aufgeführten Bestimmungen wurden von Herrn Uelsmann ausgeführt.

Man sieht, dass diese Methoden den von Fresenius in Anwendung gebrachten Bestimmungen der Schwefelsäure mit Baryt an Schärfe mindestens gleich stehen, sie haben vor ihnen den Vortheil voraus, dass sie von ungeübter Hand in Anwendung gebracht weniger leicht fehlerhafte Resultate geben.

Fabrikanten und denjenigen Chemikern, welche sich mit oft wiederkehrenden alkalimetrischen Bestimmungen derselben Art beschäftigen, mag es wünschenswerth sein, eine verdünnte Schwefelsäure von im Voraus zu bestimmender Stärke herstellen zu können. Das saure schwefelsaure Natron wurde als geeignet für diesen Zweck bereits von Mohr ins Auge gefasst, aber nicht empfohlen, da es nicht, oder nur schwierig von constanter Zusammensetzung erhalten werden kann. Auch mir hat dieses nicht gelingen wollen, aber es genügt auch vollständig für alkalimetrische Zwecke, dass der Gehalt des Salzes an freier Säure bekannt, also durch eine vorhergehende Gewichts-Analyse festgestellt sei.

Zur Darstellung des sauren schwefelsauren Natrons schmelzt man 2 Theile entwässertes Glaubersalz mit 1 Theil Vitriolöl im hessischen Tiegel bei gelindem Feuer bis zum ruhigen Fluss und bis alle Kohle, die aus etwa anhängenden organischen Substanzen entstan-

den war, vollständig verschwunden ist und giesst das Salz in einen blanken eisernen Mörser, der im kalten Wasser steht, oder in eine Platinschale aus, damit es möglichst rasch erstarrt, und damit nicht Salze von verschiedener Zusammensetzung sich aussondern können. Das warme Salz wird in etwa erbsengrosse Stücke zer schlagen im enghalsigen Glase aufbewahrt. Es enthält eine geringe Menge Eisen, aber kaum andere Verunreinigungen, wenn man unnöthig langes Schmelzen vermieden hat. Bei der Analyse von Salzen verschiedener Bereitung wurden folgende Zahlen erhalten:

- 1) 1,156 Grm. gaben 2,1788 $\text{BaSO}_4 = 64,71 \text{ Proc. SO}_3$
 1,3362 " " 2,5174 " = 64,69 " "
 1,565 " " 1,1084 $\text{NaSO}_4 = 70,84 \text{ Procent}$
 1,5076 " " 1,0686 " = 70,88 "
 1,2945 " verloren beim Glühen mit Bleiglätte
 0,0565 $\text{HO} = 4,36 \text{ Proc.}$

- 2) 1,5625 Grm. gaben 3,008 $\text{BaSO}_4 = 66,09 \text{ Proc. SO}_3$
 1,2575 " " 0,9055 $\text{NaSO}_4 = 72,00 \text{ Procent}$
 5,273 " " 3,801 " = 72,08 "
 3,07 " verloren mit Bleiglätte 0,076 $\text{HO} =$
 2,48 Procent.

	1. Mittel	2. *)
Schwefelsaures Natron	70,86	72,04
Freiq Schwefelsäure ..	24,78	25,504
Wasser	4,36	2,480
	100,00	100,024.

Aus dem Resultate der Analyse berechnet man das alkalimetrische Atomgewicht des Salzes, oder die Menge, welche man abwägen muss, um 1 oder $\frac{1}{2}$ Atom alkali-

*) Man ersieht aus diesen Analysen, dass die Schwefelsäure nicht als Hydrat fortgeht, sondern sich vorher in Anhydrid und Wasser zerlegt, im ersteren Falle müssten die untersuchten Salze auf die gefundene Menge von freier Schwefelsäure 5,56 und 5,74 Proc. Wasser enthalten haben.

metrisch wirksamer Schwefelsäure im Liter zu erhalten, sie beträgt für Salz 1) 161,25, für Salz 2) 156,83 Grm.

Quantitative Bestimmung des Santonins in den Santoninzeltschen;

von

A. Schlimpert,

Apotheker in Mühlhausen.

Schon lange wurde nach einem Mittel gesucht, mit dessen Hülfe es möglich ist, das Santonin in Trochiscen und ähnlichen Präparaten, die fast nur von Nichtapothekern verfertigt werden, bestimmen zu können. Um die Anwesenheit des Santonins in derartigen Mischungen überhaupt nachzuweisen, fehlt es wohl nicht an Reagentien, so giebt es z. B. mit HO, SO_3 eine Lösung, die sich mit Wasser nicht trübt, und wirft man Körnchen von doppelt-chromsaurem Kali hinein, so lösen sich dieselben darin auch auf, indem ringsum und von demselben braune Zonen ausgehen, welche nach ihrem Zusammenreffen eine gelbgrüne und endlich eine smaragdgrüne Flüssigkeit hervorbringen. Bisher hatte man aber kein sicheres Mittel, Santonin, aus namentlich zuckerhaltigen Präparaten rein abzuscheiden und so dessen quantitative Bestimmung möglich zu machen. Santonin löst sich nur spurweise in kaltem, 200 Theilen kochendem Wasser, in 43 Th. kaltem und 3 Th. siedendem Alkohol von 80 Proc. in 30 Th. kaltem und 40 Th. siedendem Aether. Diese genannten Lösungsmittel eignen sich nicht zur Trennung des Santonins vom Zucker (der in dergleichen Präparaten die Hauptmasse ausmacht). Versuche, die ich zu diesem Zwecke unternahm, lehrten mich das Chloroform als ein vorzügliches Mittel, Santonin vom Zucker abzuscheiden, kennen. Santonin löst sich leicht in Chloroform. Um das Löslichkeitsverhältniss zu erforschen, übergoss ich in einem gut verschliessbaren Glase Santonin mit Chloro-