enthält. Man mischt 0,5 g in einem Eisentiegel von 40 *ccm* Inhalt mit 5—6 g Natriumsuperoxyd, fasst den Tiegel mit einer Eisenzange und erhitzt mit kleiner Flamme, bis die Masse fließt, was etwa eine Minute dauert. Dann erhitzt man bei voller Bunsenflamme unter vorsichtigem Schwenken weitere zwei Minuten, bringt den etwas abgekühlten Tiegel in ein grösseres Becherglas, das etwa 350 *ccm* Wasser von 60—80° C. enthält, und bedeckt sofort mit einem Uhrglase. Nach beendetem Aufbrausen kocht man zur vollständigen Zerstörung des Natriumsuperoxyds fünf Minuten, bringt die erkaltete Lösung auf 500 *ccm* und filtriert nach dem Mischen durch ein Doppelfaltenfilter. Von dem Filtrate nimmt man 100 *ccm*, entsprechend 0,1 g, verdünnt im Erlenmeyer-Kolben auf etwa 300 *ccm*, setzt 1 g Jodkalium und nach Lösung des Salzes 40 *ccm* reine Salzsäure 1,124 D. hinzu, lässt eine Minute stehen und titriert mit Natriumthiosulfatlösung. Die letztere wird unter denselben Bedingungen auf eine Kaliumbichromatlösung von bekanntem Gehalt eingestellt.

Der von verschiedenen Seiten empfohlene Aufschluss des Ferrochroms mit Magnesia-Natriumkarbonat-Mischung erfordert nach Herwig die Beobachtung folgender Vorsichtsmaßregeln: Ein kleiner Teil des durch das Florseidensieb getriebenen Pulvers muss noch zwei bis drei Stunden in der Achatschale zerrieben werden. Das Sintern über der starken Gebläseflamme soll mindestens eine Stunde andauern. Der nach dem ersten Aufschluss verbleibende Rückstand ist mindestens noch einmal aufzuschliessen.

Zur Zinnbestimmung in Zinnaschen schlägt N. Welwart¹⁾ die folgende Methode vor, welche für Zinn- und Weissmetallaschen, für Zinnschlamm, Schlacken, Zinnerze und Zinnhärtlinge allgemein anwendbar ist. In betreff der schwierigen Probenahme bei Aschen weist der Verfasser auf die von H. Wölbling²⁾ und von L. Parry³⁾ gemachten Angaben hin. Je nach dem Zinngehalt werden 3—10 g der Durchschnittsprobe mit 30—100 *ccm* Salpetersäure 1,2 D. im bedeckten Gefässe gekocht, bis die Bildung nitroser Dämpfe beendet ist. Man verdünnt mit der 3—4fachen Menge siedend heissem Wasser, erhält noch $\frac{1}{2}$ bis 1 Stunde in Kochhitze und filtriert, wobei man die ersten, häufig trüb laufenden Anteile zurückgiesst. Reichlich mit Erde und Kohle verunreinigte Proben werden am Sandbade zur Trockne verdampft, erhitzt, mit verdünnter Salpetersäure aufgenommen, aufgeköcht und filtriert. Der wiederholt mit heissem, salpetersäurehaltigem Wasser, hierauf mit heissem Wasser ausgewaschene Niederschlag wird getrocknet, Filter und Niederschlag im Porzellantiegel gesondert verbrannt, gegläht und gewogen. Die rohe Zinnsäure wird mehlfein verrieben und 0,3 bis 0,35 g derselben mit der mehrfachen Menge Soda-Schwefel (2 : 1)

¹⁾ Chem. Ztg. 40, 458 (1916). — ²⁾ Vergl. diese Ztschrft. 53, 614 (1914). — ³⁾ Analytische Bestimmung von Zinn und Antimon.

aufgeschlossen. Nach dem Erkalten bringt man Tiegel und Deckel in ein Becherglas und kocht die Schmelze bei aufgelegtem Uhrglas mit Salzsäure (1 : 1) solange, bis der Geruch nach Schwefelwasserstoff verschwunden ist. Die salzsaure Lösung wird in einen Erlenmeyer-Kolben gebracht und mit etwa 25 *ccm* konzentrierter Salzsäure und 2—2,5 *g* chemisch reinem Antimonpulver versetzt, worauf man im Kohlensäurestrom etwa $\frac{1}{2}$ Stunde im mäßigen Kochen erhält. Hierauf lässt man durch Einstellen in kaltes Wasser im Kohlensäurestrom erkalten und titriert das Zinnchlorür nach Zusatz von Stärkelösung mit $\frac{n}{10}$ Jodlösung oder mit $\frac{n}{10}$ KHJ_2O_6 ¹⁾. Die dem Zinnoxid beigemengten Metalloxyde (Pb, Cu, Sb, Zn) beeinflussen die Titration nicht. Bei reichlich Eisenoxyd enthaltenden Aschen wird die Soda-schwefelschmelze mit heissem Wasser wiederholt ausgelaugt und das Filtrat wie oben angegeben behandelt. Bei Verwendung von Antimon als Reduktionsmittel darf das Zinnchlorür nicht nach Mène oder Victor ²⁾ mit Eisenchlorid bestimmt werden, da Antimon von letzterem gelöst wird. Der Titer der Jodlösung muss mit chemisch reinem Zinn festgestellt werden. 0,3—0,35 *g* Zinn werden in einem kleinen bedeckten Becherglase in 10 *ccm* konzentrierter Schwefelsäure kochend heiss gelöst. Nach dem Erkalten verdünnt man mit 50 *ccm* Wasser, setzt 25 *ccm* konzentrierte Salzsäure zu und kocht zur Entfernung der schwefligen Säure. Dann spült man die Lösung in einen Erlenmeyer-Kolben und verfährt wie oben. Auch bei Verwendung von Kaliumjodat oder Bijodat ist der Titer empirisch zu bestimmen. Zur Reinigung der Kohlensäure wird dieselbe zunächst durch salzsaure Zinnchlorürlösung und hierauf durch salzsaure Kupfervitriollösung geleitet.

III. Chemische Analyse organischer Körper

Von

P. Dobriner und A. Oswald.

2. Qualitative und quantitative Analyse.

Beiträge zur Chemie der Asphalte liefert Paul Gödrich ³⁾. Die Verwendbarkeit des Asphalts in der Photochemie beruht darauf, dass Asphalt durch Einwirkung von Licht und atmosphärischer Luft in einigen Lösungsmitteln schwerer löslich wird, in denen er vorher leicht löslich war. Durch Zuführung von Schwefel (Sulfierung) wird diese Lichtempfindlichkeit noch erhöht. Diese Schwefelung geschieht am besten in der Weise, dass man den Asphalt am Rückflusskühler in Schwefelkohlenstoff löst und die Lösung mit einer Lösung von Chlor-

¹⁾ Vergl. diese Ztschrft. **53**, 710 (1914). — ²⁾ Diese Ztschrft. **45**, 449 (1906). — ³⁾ Monatsh. f. Chem. **36**, 535 (1915).