**Mitteilung aus dem chemischen Laboratorium der
Thierärztl. Hochschule zu Hannover.****Ueber bleisaures Calcium und seine Verwendung
zu Aschenanalysen.**

Von Konrad Wedemeyer.

(Eingeg. 12. 4. 1892.)

Nach G. Kafsner¹⁾ soll zur Darstellung des Calciumplumbats mittlere Rotglut, und zur Darstellung kleiner Mengen eine Temperatur genügen, wie sie die Flamme eines Bunsenbrenners zu erzeugen vermag. Mischt man äquivalente Mengen chemisch reinen Calciumcarbonats und Bleioxyds gut durcheinander, und glüht das Gemisch in flacher Porzellanschale unter fortwährendem Umrühren, so ist eine vollständige Bildung von Calciumplumbat selbst bei Anwendung kleiner Mengen nur äußerst schwer zu erreichen. Es lässt sich nach stundenlangem Glühen immer noch unzersetztes Calciumcarbonat und Bleioxyd nachweisen. Nach Kafsner giebt das fertige Calciumplumbat, mit verdünnter Salpetersäure geschüttelt, ein Filtrat, welches durch Schwefelwasserstoff nicht mehr verändert wird. Dies ist aber nur der Fall, wenn die Stärke der verdünnten Salpetersäure eine gewisse Grenze nicht überschreitet. Chemisch reines Calciumplumbat giebt beim Schütteln mit verdünnter Salpetersäure, die 8 Proz. enthält, einen dunkelbraunen Rückstand und ein Filtrat, das durch H_2S noch verändert wird; bei stärkerer Verdünnung der HNO_3 entsteht ein gelbbrauner Rückstand und ein Filtrat, welches durch Schwefelwasserstoff nicht mehr verändert wird.

Ein noch sichereres Mittel, die fertige Bildung des Calciumplumbats zu erkennen, besteht darin, die Menge des disponiblen Sauerstoffs zu bestimmen. Hierunter versteht Kafsner die Menge des durch Reagentien etc. nutzbar zu machenden Sauerstoffs des Calciumplumbats. Die Bestimmung geschieht, indem man das Calciumplumbat mit einer bekannten Menge überschüssiger Oxalsäure durch Salpetersäure oder Essigsäure in Lösung bringt und dann mit Kaliumpermanganat in saurer Lösung den Überschuss an Oxalsäure zurücktitriert. Aus der Differenz berechnet man den Sauerstoff. Am Schluss einstündigen Glühens über der Bunsenflamme fand ich an

¹⁾ diese Zeitschr. 1890, 228, 109.

disponiblen Sauerstoff nur 0,18 Proz.; als dann immer wieder eine Stunde unter beständigem Umrühren geglüht wurde, wurden je 2,30 Proz., und 4,15 Proz. gefunden, während 4,56 Proz. disponibler Sauerstoff vorhanden sein müssten. Es hat also selbst nicht nach 4 Stunden langem Glühen eine vollständige Bildung des Calciumplumbates stattgefunden. Auch durch Wägung läßt sich konstatieren, daß immer wechselnde Mengen Kohlensäure abgegeben und wechselnde Mengen Sauerstoff aufgenommen werden. Für 2 g Mischung fand ich nach je 1 stundenlangem Glühen I) 0,0022 g Zunahme, II) 0,0174 g Zunahme, III) 0,0028 g Zunahme, IV) 0,0303 g Abnahme. Es scheint sich hiernach das Bleioxyd erst weiter zu oxydieren und treibt dann die Kohlensäure des Calciumcarbonates aus. Versuche auf dem Gebläse gaben dieselben Resultate, jedoch fand hier die Bildung des Ca_2PbO_4 schneller statt. Dieselben Resultate erhielt ich ferner bei Versuchen mit dem neuen von Hugerhoff in den Handel gebrachten Brenner, durch welchen ein 4 mm dicker Kupferdraht leicht schmilzt.

Die Darstellung chemisch reinen Calciumplumbats gelingt nach meinen Versuchen aber leicht durch Erhitzen der Mischung von Bleioxyd und Calciumcarbonat im Verbrennungsrohre im Luftstrome. Nach $\frac{3}{4}$ stündigem Erhitzen war weder Kohlensäure noch Bleioxyd nachweisbar und betrug die Menge des disponiblen Sauerstoffs 4,35 Proz.

Aus dieser schwierigen Bildungsweise läßt sich leicht erkennen, daß Calciumplumbat als Sauerstoffüberträger bei Aschenanalysen die die Arbeit weder abkürzt, noch überhaupt ein sicheres Resultat zu erhalten zuläßt.

Daß reines Calciumplumbat als Sauerstoffüberträger jedoch kräftig bei Aschenanalysen wirkt, hat der folgende Versuch ergeben: 1 g Fleischmehl verbrauchten unter starker Rauchabsonderung zum vollständigen Weißbrennen 1 Stunde 45 Min. und gaben 0,0441 Asche. 1 g Fleischmehl mit 1 g chemisch reinem Calciumplumbat gemischt und erhitzt, gaben fast keine Rauchabsonderung, sondern das Verglimmen der Kohle trat unter fast explosionsartigen Erscheinungen auf, worauf nach 20 Min. Kohle in dem gelben Gemisch nicht mehr zu erkennen war. Die Regeneration des Calciumcarbonats und des Bleisuperoxyds zu Ca_2PbO_4 geht wie oben angegeben, sehr langsam vor sich und ist mir nie so schnell und leicht gelungen, wie dies

W. Kwasnik*) angiebt. Ich erhielt beim weiteren Glühen wiederum annähernde Verhältnisse wie oben. Wendet man höhere Temperatur an, um die Regeneration zu beschleunigen, so werden Aschen, die Chloride enthalten, immerhin falsche Resultate geben.

Mitteilung aus dem pharmazeutischen Institut der Universität Breslau.

Chemische Untersuchung des flüchtigen Öls der *Lindera sericea* Bl. (Kuromoji-Öl).

von Wilhelm Kwasnik.*)

Litteratur-Angaben über das Kuromoji-Öl sind nicht vorhanden, da es bisher Gegenstand chemischer Untersuchungen nicht gewesen ist, selbst die Mitteilungen über die Stammpflanze sind nur sehr spärlich, obgleich sie in ihrer Heimat weit verbreitet ist. Bis vor wenigen Jahren war das Öl auf dem japanesischen Marke noch vollständig unbekannt, trotzdem die Pflanze selbst „Kuromoji“ (*v. Lindera sericea* Blume s. *Benzoïn sericeum* Sieb. et Zucc., zu den Laurineen gehörig) ein in allen Gebirgen des Landes einheimischer Baum ist. Nur das Holz mit der Rinde wurde allgemein benutzt zur Anfertigung von „Yoji“, Zahnstochern, und zwar infolge seines angenehmen Geruches. Auf den europäischen Markt kam das Öl erst im Jahre 1888, eingeführt von der rühmlichst bekannten Firma Schimmel & Co., Leipzig, welche mir auch das zur Untersuchung benötigte Material lieferte. Es scheint nicht festgestellt zu sein, aus welchen Organen der Pflanze das ätherische Öl gewonnen wird, bald werden die Blätter genannt, bald das Holz, wahrscheinlich ist es jedoch, daß die Pflanze in allen ihren Teilen von Öldrüsen durchsetzt ist, wenigstens konnte ich an einem, mir vom hiesigen botanischen Garten zur Verfügung gestellten Zweige konstatieren, daß der charakteristische Geruch des Öles sowohl dem Holze, wie den Blättern eigen ist.

*) diese Zeischr. 1890, 228, 178.

*) Der durch seine bisherigen wissenschaftlichen Arbeiten zu den schönsten Hoffnungen berechtigende talentvolle zweite Assistent am pharmazeutischen Institut zu Breslau Wilhelm Kwasnik ist im Alter von 26 Jahren am 6. Febr. d. J. einer Gehirnentzündung erlegen
Poleck.