Eisenoxyd und Tonerde mit Ammoniak, filtriert, wäscht gründlich aus, löst in Salzsäure. Die Lösung bringt man in eine Stöpselflasche von 150 *ccm*, versetzt mit 0,5 *ccm* eisenfreiem Zinkchlorid, dann mit 10%iger Natronlauge bis zur alkalischen und schliesslich mit 5%iger Salzsäure bis zu eben saurer Reaktion und noch mit einem Überschuss von 0,5 *ccm* der letzteren. Darauf gibt man 5 *ccm* 5%ige Kaliumjodidlösung hinzu, verschliesst die Flasche mit dem Glasstopfen, bindet denselben fest an und lässt das Ganze 20 Minuten in einem 60 bis 65° warmen Wasserbad stehen. Nach dem Erkalten titriert man nach Zusatz von Stärkelösung mit mehrere Wochen altem, etwa $\frac{n}{250}$ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ vorsichtig, bis die Lösung eben farblos wird. Eine sich innerhalb 2 Minuten nach dem Verschwinden der blauen Färbung zeigende erneute Bläuung muss durch noch einen Tropfen $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ weggenommen werden. Um eine möglichst grosse Genauigkeit zu erzielen, ist es erforderlich, dass die verbrauchte Thiosulfatmenge mit der Lupe abgelesen wird. Gleichzeitig mit dieser Bestimmung wird ein Parallelversuch mit 10 *ccm* einer Lösung von genau 0,1 g Fe_2O_3 in 1 l 5%iger Salzsäure ausgeführt, um den Wert der Thiosulfatlösung festzustellen.

Besondere Sorgfalt widmete der Verfasser dem Umstand, dass bei der Jodtitration fast immer ein Nachbläuen eintritt, welches hier, wo es sich um die Bestimmung äusserst geringer Mengen Eisen handelt, absolut vermieden werden musste. Dieses Nachbläuen rührt aller Wahrscheinlichkeit nach von Spuren Wasserstoffsuperoxyd oder salpetriger Säure her, welche sich in dem benutzten destillierten Wasser befinden. Ein Beweis dafür, dass es sich um sauerstoffreiche Verbindungen handeln muss, ist der Umstand, dass sie sich durch 36stündiges Kochen des destillierten Wassers mit Zinkamalgam am Rückflusskühler entfernen liessen. Das so behandelte Wasser wurde dann in kleinen vollgefüllten Flaschen von braunem Glase fest verschlossen aufbewahrt.

Aber auch mit der Kaliumjodidlösung musste man in derselben Weise verfahren, da kein von Jodat oder freiem Jod freies Präparat aufzutreiben war.

Bei einem auszuführenden blinden Versuch dürfen das destillierte Wasser und die Reagenzien nicht mehr als 0,2—0,25 *ccm* $\frac{n}{250}$ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ verbrauchen.

Mangan, Kalk und Magnesia lassen sich in den vereinigten beiden ersten Filtraten vom Eisen- und Tonerdephosphatniederschlag bestimmen.

Czapski.

Eine Schnellmethode zur Bestimmung von wasserlöslichem Arsen in Bleiarsenat veröffentlichen H. A. Scholz und P. J. Waldstein¹⁾. Von der in fester oder in pastenartiger Form vorkommenden Substanz werden von ersterer $\frac{1}{2}$, von letzterer 1 g abgewogen und in einem 250 *ccm*-Messkolben mit 200 *ccm* frisch aufgekochtem, destilliertem Wasser 3—5 Minuten kräftig gekocht. Nach etwa viertelstündigem Stehen

¹⁾ Journ. Ind. Eng. Chem. 9, 682 (1917); durch Chem. Zentrbl. 89, I, 1066 (1918).

kühlt man auf Zimmertemperatur ab, ergänzt bis zur Marke und filtriert durch ein trockenes Filter in einen trockenen Kolben. Vom Filtrat bringt man 200 *ccm* in einen $\frac{1}{2}$ l-Erlenmeyerkolben, engt die Flüssigkeit nach Zufügen einiger Kaliumjodidkristalle und von 7 *ccm* konz. Schwefelsäure auf 50 *ccm* ein, fügt kaltes Wasser, Methylorange und Natronlauge bis zur alkalischen Reaktion und darauf verd. Schwefelsäure bis zur sauren Reaktion hinzu. Nachdem man nun mit Natriumbikarbonat wieder alkalisch gemacht hat, titriert man in üblicher Weise mit $\frac{n}{2}$ Jodlösung.

Das wasserlösliche Arsen im Bleiarsenat liegt z. T. in dreiwertiger Form vor. Dies rührt daher, dass in dem käuflichen Natriumarsenat und in der Arsensäure Spuren von Arsentrioxyd enthalten sind, welche mit dem Bleiarsenat Verbindungen eingehen, die sich nicht in kaltem, sondern nur in heissem Wasser lösen. Aus diesem Grunde erhält man beim Auskochen (wie es z. B. die Verfasser tun) höhere Werte als bei den vielfach üblichen Methoden, bei denen in der Kälte, bzw. bei 32° mit Wasser behandelt wird.

Czapski.

Zur Bestimmung von ganz geringen Spuren — tausendstel von Milligramm — Arsen bedienen sich L. Moreau und E. Vinet¹⁾ eines Verfahrens, das auf die nach der Gleichung

$$12 \text{ AgNO}_3 + 2 \text{ H}_3 \text{ As} + \text{H}_2 \text{O} = 12 \text{ HNO}_3 + \text{As}_2 \text{O}_3 + 12 \text{ Ag}$$

verlaufende Reaktion zwischen arseniger Säure und Silbernitrat gegründet ist. Das frei gemachte Silber wird als Ring in einer Glasröhre niedergeschlagen und mit von Typlösungen von Natriumarsenat herrührenden Ringen verglichen.

Betreffs der Einzelheiten des Verfahrens, sowie der anzuwendenden Apparatur verweise ich auf das Original.

Czapski.

Den Aufschluss von Kalkstickstoff empfiehlt Bronislava Turkus²⁾ in der Weise vorzunehmen, dass man 1 g der in einem Achatmörser fein geriebenen Substanz mit einem Gemisch von 40 *ccm* reiner Schwefelsäure (65,6° Bé) und 10 *ccm* Wasser 30 Minuten lang erhitzt und während dessen vorsichtig umschüttelt. Diese Zeit genügt, um allen Stickstoff in Ammoniak überzuführen, doch muss die angegebene Konzentration der Schwefelsäure genau innegehalten werden. Czapski.

Die Bestimmung des wirksamen Chlors im Chlorkalk oder in Hypochloriten wird nach Octave Lecomte³⁾ in einfacher Weise so ausgeführt, dass man ein gleiches Volumen Zinnchlorürlösung einmal für sich und ein zweites Mal nach Zusatz einer gemessenen Menge der Hypochloritlösung mit $\frac{n}{10}$ KMnO_4 titriert.

Czapski.

3. Auf Pharmazie bezügliche Methoden.

Über die Wertbestimmung der Chinarinde. G. Frerichs und E. Mannheim⁴⁾ veröffentlichten eine Abhandlung, betitelt: «Hämatoxylins

¹⁾ Compt. rend. 158, 869 (1914); durch Chem. Zentrbl. 85, I, 1699 (1914). —

²⁾ Ann. Chim. analyt. appl. 23, 3; durch Chem. Zentrbl. 89, I, 1065 (1918). —

³⁾ Bull. Sciences Pharmacol. 25, 217 (1918); durch Chem. Zentrbl. 89, II, 762 (1918). — ⁴⁾ Arch. der Pharm. 253, 117 (1915).