an Kalk resultieren müssten, die durch den Gipsgehalt der Lauge, der 0,27 g auf 100 ccm beträgt, bedingt sind.

Um die wirklich vorhandene Menge Kalk zu bestimmen, arbeitete Hägglund so, dass er 5 ccm Lauge mit 300 ccm Wasser verdünnte, Ammoniumchlorid zusetzte und nach dem Erhitzen bis zum Sieden mit Ammoniumoxalat fällte. Der Niederschlag wurde, nach dem Abfiltrieren und Auswaschen, in heisser, verdünnter, überschüssiger Schwefelsäure gelöst und die Lösung mit $\frac{n}{10}$ Kaliumpermanganat titriert. Die an den in Form von Gips vorhandenen Kalk gebundene Schwefelsäure wurde in 100 ccm der Lauge nach dem Ansäuern mit Salzsäure durch Fällung mit Baryumchlorid ermittelt. Vergleiche auf diese Weise ausgeführter Analysen mit solchen nach den Verfahren von Winkler und Öman zeigen, dass nach letzteren etwas zu niedrige Werte für den Kalkgehalt gefunden werden. Hägglund hält aber die Methode von Winkler für den Betrieb für geeigneter als die von Öman, da letztere zu zeitraubend und für den nicht geübten Chemiker zu umständlich ist.

Immerhin bietet auch die Titrierung mit Natronlauge nach Winkler Schwierigkeiten, und um diese zu vermeiden, schlägt Hägglund für Betriebsanalysen folgende Arbeitsweise vor. Man bringt in einen Messkolben von 100 ccm etwa 50 ccm Wasser, 3 ccm konzentriertes Ammoniak und 10 ccm klare Sulfidlauge, füllt bis zur Marke auf und schüttelt gut durch. Es entsteht ein Niederschlag von Kalziumsulfid, der sich nach 10—15 Minuten klar absetzt. In 10 ccm der überstehenden klaren Flüssigkeit ermittelt man den Gehalt an schwefliger Säure durch Titration mit Jod. Als Korrektur für diejenige Menge schwefliger Säure, die mit dem aus dem gelösten Gips stammenden Kalk als Kalziumsulfid gefällt ist, sind nach den Versuchen des Verfassers zu der durch Titration gefundenen Menge freier schwefliger Säure 0,13% zu addieren.

Für die Untersuchung von Schwarzpulver ist nach W. O. Snelling und C. G. Storm¹⁾ in dem Bureau of mines folgendes Verfahren üblich. Zur Bestimmung der »gravimetrischen Dichte« oder des scheinbaren spezifischen Gewichts dient eine speziell für diesen Zweck konstruierte Schnellwage, zur Ermittlung der Dichte der einzelnen Körner ein von Snelling angegebenes Densimeter. Betreffs beider Apparate muss auf das Original verwiesen werden.

Den Gehalt an Feuchtigkeit kann man nicht durch Trocknen bei 100° C. feststellen, weil sich bei dieser Temperatur schon Schwefel verflüchtigt. Man muss das Pulver entweder 5 Stunden auf 70° erwärmen, oder 3 Tage über konzentrierter Schwefelsäure stehen lassen.

Der Salpeter wird bestimmt durch Ausziehen des Pulvers mit heissem Wasser und Wägen des bei 70° getrockneten Rückstandes, oder auch dadurch, dass man einen aliquoten Teil des wässrigen Aus-

¹⁾ Ztschrift. f. d. ges. Schiess- u. Sprengstoffwesen 9, 21 (1914); durch Chem Zentrbl. 85, I, 1308 (1914).

zuges zur Trockene verdampft, den Rückstand mit etwas Salpetersäure behufs Zerstörung der organischen Substanz behandelt, bis zum Schmelzen erhitzt und sein Gewicht feststellt. Von den vorhandenen Alkalien wird das Kali nach der Kobaltnitritmethode ermittelt, das Natron lässt sich dann berechnen.

Den Schwefel extrahiert man nach Entfernung der Nitate in dem Extraktionsapparate von Wiley¹⁾ $\frac{3}{4}$ Stunden lang mit Schwefelkohlenstoff oder mit auf 130° erwärmten Anilin. Bei Schwefelblumen ist Anilin vorzuziehen, da diese durch Schwefelkohlenstoff nicht vollständig ausgezogen werden. Die nach Entfernung des Salpeters und des Schwefels zurückbleibende Holzkohle hat durchschnittlich einen Aschengehalt von $0,5\text{--}1\%$ der ursprünglichen Substanz.

Ein Verfahren zur Untersuchung von Farben in Pastenform und besonders der Lithopone veröffentlicht P. Nicolardot²⁾. Die Schwefelbestimmung geschieht in der Weise, dass man 5 g der zu untersuchenden Substanz in einem Röhrchen zunächst behufs Lösung des Öls mit 50 ccm erwärmtem Toluol behandelt. Dann fügt man 150 ccm heisses Wasser zu, und, sobald sich die Ölschicht von der wässrigen vollständig getrennt hat, nach und nach unter Erhitzen 5 ccm Salzsäure. Der entstehende Schwefelwasserstoff wird in einer besonderen Apparatur, betreffs deren ich auf das Original verweisen muss, durch rauchende Salpetersäure zu Schwefelsäure oxydiert und diese dann in üblicher Weise mit Baryumchlorid gefällt und bestimmt. Das Ende der Schwefelwasserstoffentwicklung wird durch vorgelegte Bleiazetatlösung festgestellt. Nun trennt man die Ölschicht von der wässrigen im Scheidetrichter, filtriert die erstere, wäscht mit Toluol nach, trocknet das Toluol mit Kaliumkarbonat, verdampft es auf dem Wasserbade, trocknet das zurückbleibende Öl bei 105° und wägt.

Ebenso wie die Ölschicht wird auch die wässrige filtriert; der Rückstand auf beiden Filtern ergibt das Unlösliche, Baryumsulfat und Kieselsäure.

In dem sauren Filtrate ermittelt man die an Zink gebundene Schwefelsäure, das Eisen und Blei etc. wie üblich.

Die Bestimmung der Seidenbeschwerung haben Heermann und Frederick³⁾ zum Gegenstand einer Untersuchung gemacht.

Es bestehen zwei Grundverfahren, nach welchen man die Bestimmung der Seidenbeschwerung ausführt. Nach dem einen, welches Abziehverfahren genannt wird, werden durch geeignete Lösungs- oder Abziehmittel alle der Seide nicht eigenen Bestandteile entfernt, und die zurückbleibende reine Seide nach dem Trocknen gewogen.

Nach dem anderen, dem Stickstoffverfahren, scheidet man alle stickstoffhaltigen Beschwerungs- und Farbstoffe ab und bestimmt in der resultierenden Faser den Stickstoff nach Kjeldahl. Da nun der Gehalt

¹⁾ Siehe Original. — ²⁾ Ann. falsific. 6, 39 (1913); durch Chem. Zentrbl. 84, I, 1142 (1913). — ³⁾ Chem. Ztg. 39, 149 (1915).