Blei zugegeben (durch eine ganz geringe Wasserstoff-Entwicklung wird Pigmentbildung durch Oxydation verhindert); auf freier Flamme und zuletzt auf dem Wasserbad wird zur Trockne eingedampft und der grösste Teil der Salzsäure verjagt; der Rückstand wird in zirka 10 *ccm* heissem Wasser aufgenommen und quantitativ durch Glaswolle (zur Entfernung des Bleis) in einen 500 *ccm*-Messkolben filtriert, 20 bis 25 *ccm* gesättigte Pikrinsäurelösung und 7—8 *ccm* 10 %ige Natronlauge, die 5 % Rochellesalz enthält, zugesetzt. (Das Tartrat soll Trübung verhindern, die durch Spuren gelösten Bleis entstehen können.) Der Kolben wird zur Marke aufgefüllt und nach 5 Minuten im Kolorimeter abgelesen. — Standard-Lösung: Kaliumbichromatlösung oder eine Lösung, die erhalten wird, indem reines Kreatin auf obige Weise behandelt wird. Die Umwandlung des Kreatins in Kreatinin erfolgt rasch beim Eindampfen, indem die trockene, gasförmige Salzsäure stark wasserentziehend wirkt. Diese Methode ist für zuckerhaltige Harne nicht geeignet.

5. Auf gerichtliche Chemie bezügliche Methoden.

Von

A. Czapski.

Zur Unterscheidung von Arsen- und Antimonflecken liefern W. Vaubel und A. Knocke¹⁾ einen Beitrag. Sie haben gefunden, dass Antimonflecken, entgegen den Angaben in der Literatur, von den Hypochloritlösungen glatt gelöst werden, wenn letztere nicht mehr frisch sind, sondern längere Zeit gestanden haben, und schreiben diese Tatsache Veränderungen zu, welche das Reagens beim Aufbewahren erleidet. Einerseits konnte das Natriumhypochlorit im Sinne der Gleichung $3 \text{NaOCl} = \text{NaClO}_3 + 2 \text{NaCl}$ in Natriumchlorat und Natriumchlorid zerfallen. Es zeigte sich aber, dass das Natriumchlorat nur eine sehr schwache Einwirkung auf die Antimonflecken ausübte. Die Zersetzung musste also, da eine andere Möglichkeit ausgeschlossen war, in der Weise vor sich gehen, dass sich Natriumchlorit und -chlorid bildete nach der Gleichung

Diese letztere Annahme erwies sich als richtig, denn erstens konnte in der älteren Hypochloritlösung durch die Reaktion von Bray²⁾, Gelbwerden beim Zusatz von Säure, Chlorit nachgewiesen werden, andererseits verschwanden die Antimonflecke nach dem Behandeln mit diesem Zersetzungsprodukt des Hypochlorits sofort. Es müssen also immer frische Hypochloritlösungen angewandt werden.

Die Verfasser verbreiten sich noch weiter über die Natur der Antimonflecken und die Flüchtigkeit derselben. Betreffs der diesbezüglichen Einzelheiten verweise ich auf das Original.

¹⁾ Chem. Ztg. 40, 209 (1916). — ²⁾ Ztschrft. f. physik. Chem. 54, 575 (1906).