Man erhält dabei ein Gemenge von Aetzkalk, Calciumcarbonat und Zinnoxid, welches letztere nun nicht allein eine Verdichtung erlitten hat, sondern auch in den unlöslichen Zustand übergegangen ist. Um ihm den beigemengten Kalk zu entziehen, bringt man den geglühten Niederschlag in ein kleines Becherglas, befeuchtet ihn mit Wasser und übergiesst ihn hierauf mit verdünnter Salpetersäure. In wenigen Minuten ist aller Kalk in Lösung gegangen, während das Zinnoxid sich am Boden des Glases als gelblichweisses Pulver ablagert. Man sammelt es auf einem kleinen Filter und unterwirft es nach erfolgtem Auswaschen einer nochmaligen Glühung, worauf es gewogen wird.

Aus dem Filtrat fällt man Arsen und Antimon zweckmässig durch Schwefelwasserstoff und verfährt dann behufs der Trennung der erhaltenen Sulfide nach einer der bekannten Methoden.

Freiberg, den 19. April 1875.

Zur Ausmittlung des Phosphors in gerichtlichen Fällen.

Von

Dr. Max Buchner.

Bekanntlich ist die Destillation breiartiger Massen im Mitscherlich'schen Apparate häufig von heftigem Stossen der Flüssigkeit begleitet, wobei man Gefahr läuft, das ganze Object zu verlieren; oder man erhält bei zu niedrig gehaltener Temperatur wenig Destillat. Zwar hilft das Durchleiten von Kohlensäure diesem Uebelstande theilweise ab, man begegnet aber dadurch anderen Unzukömmlichkeiten, so dass man gewöhnlich von diesem Verfahren Umgang nehmen wird. Ich habe bei einer in den letzten Tagen vorgenommenen Untersuchung von Milch auf Phosphor, wo auch die quantitative Bestimmung des Phosphors, soweit dies überhaupt möglich ist, verlangt wurde, die Destillation im Mitscherlich'schen Apparate 11 Stunden lang mittelst Hülfe von Wasserdampf, den ich in einem als Dampfkessel verwendeten Papin'schen Topfe entwickelte und in die Milch einleitete, fortgesetzt, indem ich anfangs nur Dampf einleitete, später aber den Kolben selbst auf dem Sandbade erhitzte, wobei die Destillation ganz anstandslos verlief; es lässt sich hierbei auch durch Regulirung des Dampfstromes das Volum der Flüssigkeit

im Kolben gleich erhalten, so dass sich die abdestillirende Flüssigkeit durch Dampfcondensation fortwährend ersetzt.

Ich konnte so in 11 Stunden $2\frac{1}{2}$ Liter Destillat gewinnen, welches den Phosphor grösstentheils in Substanz, theils auch als phosphorige Säure enthielt. Selbstverständlich lässt sich vorher die Luft aus dem ganzen Apparate durch Kohlensäure verdrängen, indem man durch das Ventil des Dampfapparates Kohlensäure einleitet; bei etwaiger Unterbrechung der Operation lässt sich wieder in gleicher Weise Kohlensäure einleiten um eine Oxydation zu verhindern. Ich kann dieses Verfahren auf's beste anempfehlen. Ein ähnlicher Uebelstand tritt bei der Darstellung der Blausäure auf; ich habe nun dieses Verfahren auch geprüft und bei Anwendung von etwas concentrirterer Schwefelsäure, ohne dass das lästige Stossen eingetreten wäre, nahezu die berechnete Menge von Blausäure erhalten.

Apparat zur Verhütung des zu weiten Eindampfens von Flüssigkeiten, zugleich auch Sicherheitsvorrichtung für Wasserbäder.

Von

E. Geyer.

Beim Eindampfen von Lösungen bis zu bestimmter Grenze, sowie beim Gebrauch von Wasserbädern ist stets eine zeitraubende Aufsicht nöthig, um das zu weite Eindampfen resp. Austrocknen zu verhüten. Für Wasserbäder speciell hat Herr K. Reuss*) eine Sicherheitsvorrichtung construirt, die aber einer besondern Einrichtung des Brenners bedarf. Folgender kleine, leicht zu construierende und einzuschaltende Apparat ermöglicht es das Durchbrennen von Wasserbädern, sowie das zu weite Eindampfen von Flüssigkeiten ohne jede Aufsicht zu verhüten. Derselbe wird seit langer Zeit im Laboratorium benutzt und hat sich selbst beim heftigsten Sieden bewährt.

Die Construction des Apparates ergibt sich aus der Figur 4. Die Flasche g hat einen Inhalt von 125 CC.

*) Diese Zeitschrift 9, 336.