dünnter Salzsäure in Lösung gebracht. Die erwärmte Lösung wird mit etwas konzentrierter Salpetersäure versetzt, mit 50 %iger Natronlauge übersättigt, mit Schwefelwasserstoff behandelt und aufgekocht. Hierdurch werden Kupfer, Blei, Eisen, Mangan, Zink und Kobalt gefällt, während das Zinn mit dem Aluminium in Lösung bleibt. Ist Zinn in grösserer Menge vorhanden, so empfiehlt es sich, den abfiltrierten und mit heisser, stark verdünnter Schwefelnatriumlösung ausgewaschenen Niederschlag in Salpetersäure oder Königswasser zu lösen, bei Gegenwart von Weinsäure aus alkalischer Lösung abermals wie oben zu fällen und das Filtrat mit dem ersten zu vereinigen. Die im Niederschlag enthaltenen Metalle werden in bekannter Weise getrennt und bestimmt. Zur Bestimmung des Zinns versetzt man einen aliquoten Teil des alkalischen Filtrats mit 25 bis 30 *ccm* konzentrierter Salzsäure im Überschusse und bringt das abgeschiedene Zinnsulfid durch Erwärmen mit wenig Kaliumchlorat in Lösung; nach Zufügen von 25 bis 30 *g* Ammoniumoxalat verdünnt man auf 250 bis 300 *ccm* und elektrolysiert unter Verwendung einer verkupferten Kathode bei 50 bis 60° C. mit einem Strom von 1 Ampère und 3 bis 3,5 Volt. Da Nickelsulfid in Schwefelalkalien teilweise löslich ist, muss vorhandenes Nickel vor der Ausfällung der Sulfide entfernt werden. Zu diesem Zweck wird die oben durch Behandeln der Legierung mit Salzsäure und Salpetersäure erhaltene Lösung filtriert, mit Ammoniak alkalisch gemacht und das Nickel mit einer alkoholischen Lösung von Diazetyldioxim gefällt. Nach kurzem Erwärmen wird der Niederschlag im Gooch-Tiegel gesammelt, zuerst mit warmem Wasser, das wenig Ammoniak und Ammoniumtartrat enthält, dann mit Wasser ausgewaschen, getrocknet und gewogen. Das Filtrat wird durch Kochen vom Alkohol befreit und die weitere Behandlung dann wie oben vorgenommen.

Die direkte Bestimmung des Aluminiums wird in der Weise ausgeführt, dass man 0,3 *g* der Probe in verdünnter Salzsäure löst, die Kieselsäure abscheidet und die durch Schwefelwasserstoff aus salzsaurer Lösung fällbaren Metalle entfernt; nach dem Wegkochen des Schwefelwasserstoffs oxydiert man mit einigen Tropfen Salpetersäure und bestimmt in einem Teil der Lösung die Summe der Oxyde von Aluminium und Eisen, während das Eisen in einem anderen Teil entweder elektrolytisch oder mit Cupferron ¹⁾ bestimmt wird. Das Magnesium ergibt sich in der von Aluminium und Eisen befreiten Lösung. Das Silizium bestimmt der Verfasser nach J. O. Handy ²⁾, das Natrium nach der von H. Moissan ³⁾ angegebenen Methode.

Zur volumetrischen Nickelbestimmung in Argentan, Bronze, nickelhaltigem Messing und in Nickelstählen benutzen R. Belasio und M. Marchionneschi ⁴⁾ ein Verfahren, welchem der von Tschugajeff ⁵⁾

¹⁾ Vergl. diese Ztschrft. 50, 35 und 50 (1911). — ²⁾ Vergl. diese Ztschrft. 45, 244 (1906). — ³⁾ Vergl. diese Ztschrft. 45, 247 (1906). — ⁴⁾ Annali chim. appl. 1, 133; durch Chem. Zentrbl. 85, 1, 1701 (1914). — ⁵⁾ Vergl. diese Ztschrft. 47, 162 (1908).

empfohlene Nachweis des Nickels mit Diazetyldioxim zugrunde liegt. Von Argentan werden 0,25 g, von Bronze oder Messing 2 g der Probe in einem $\frac{1}{2}$ l-Kolben in verdünnter Salpetersäure gelöst, die erkaltete Lösung wird mit Ammoniak neutralisiert, mit Salzsäure schwach angesäuert und das Kupfer durch Zugeben von Zinn gefällt. Dann wird mit Ammoniak schwach alkalisch gemacht, zur Marke aufgefüllt und filtriert. Man versetzt nun mehrere Proben von je 20 ccm mit wechselnden Mengen einer Diazetyldioximlösung (1,582 g in 1500 ccm Alkohol gelöst und mit Wasser auf 2 l verdünnt, 1 ccm = 0,0002 g Ni), bis die zur Fällung des Nickels erforderliche Menge annähernd feststeht, und bestimmt sodann den genauen Endpunkt durch Tüpfeln auf Reagenzpapier, auf welchem sich an der Berührungsstelle beider Tropfen eine Rosafärbung bildet. Die verbrauchten ccm $\times$ 2 ergeben die Prozente Ni im Argentan, $\times$ 0,25 die Prozente Ni in Bronze oder Messing.

Zur Bestimmung des Nickels in Nickelstählen löst man 0,5 g der Probe in einem 1 l-Kolben in Salzsäure unter Zusatz von wenig Salpetersäure, gibt nach dem Erkalten Ammoniak bis zur hellrothbraunen Trübung hinzu und versetzt mit neutralisierter Ammoniumazetatlösung und hierauf mit Natriumsuccinatlösung (2 g Natriumsuccinat auf 0,4 g Fe). Das Eisen wird nun durch leichtes Erwärmen gefällt, die Lösung nach dem Abkühlen aufgefüllt, filtriert und das Nickel in 20 ccm des Filtrats wie oben bestimmt. Die verbrauchten ccm $\times$ 2 ergeben Prozente Nickel.

III. Chemische Analyse organischer Körper.

Von

P. Dobriner und A. Oswald.

1. Elementaranalyse.

Ein neues Verfahren zur Bestimmung des Stickstoffs in Kohle und Koks haben Oskar Simmersbach und Friedrich Sommer¹⁾ ausgearbeitet, da der nach dem abgeänderten Kjeldahl-Verfahren bestimmte Stickstoffgehalt der Kohle bis zu 55% und der des Koks bis zu 27% zu niedrig gefunden wurde; deshalb war auch der in der Kohle ermittelte Stickstoffgehalt nicht in Einklang zu bringen mit der Summe der festgestellten Stickstoffmengen im Koks, Teer, Cyan, Ammoniak und Gas.

Das Verfahren geht von dem alten Dumas'schen aus und beruht auf der Verbrennung von Kohle, beziehungsweise Koks im Heraeus-Ofen in inniger Mischung mit Kupferoxyd.

Etwa 1 g fein zerriebene Kohle oder Koks wird in einem Wiegeschiffchen genau abgewogen und in der Stahlreibschale mit der nötigen Menge ebenso fein gepulvertem und geglühtem Kupferoxyd innig gemischt.

¹⁾ Stahl und Eisen 35, 601 (1915).