

zum Entweichen von Schwefelsäuredämpfen und neutralisiert nach dem Erkalten mit Natronlauge (1:2). In die mit Salzsäure schwach angesäuerte, etwa 50—60 *ccm* betragende Lösung wird alsdann in der Wärme Schwefelwasserstoff eingeleitet. Ohne abkühlen zu lassen, wird der entstandene Niederschlag zentrifugiert, und die abgegossenen Flüssigkeiten werden nochmals mit Schwefelwasserstoff behandelt. Ist der erhaltene Niederschlag dunkler gefärbt, als Schwefelantimon zu sein pflegt, dann liegt der Verdacht vor, dass Kupfer vorhanden ist.¹⁾ In diesem Fall muss man ihn 1—2 Minuten mit frischem Schwefelammon zentrifugieren und die abgegossene Flüssigkeit mit Salzsäure vorsichtig neutralisieren. Fällt hierbei Antimonsulfid aus, so wiederholt man das Zentrifugieren des Niederschlages mit Schwefelammon noch einmal.

Das Schwefelantimon wird nun nach Zufügen von etwa 0,1 *g* Jodwasserstoffsäure mit dem Dreifachen seines Volumens an rauchender Salzsäure versetzt, das Ganze eine Minute zum Sieden erhitzt und die Lösung hierauf mit $\frac{1}{50}$ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ unter Zusatz von Stärkelösung bis zur Entfärbung titriert. Hierauf gibt man 5—10 *ccm* einer 10%igen Seignettesalzlösung und, nach Neutralisieren mit 10%iger Natronlauge, Salzsäure bis zu saurer Reaktion zu. Die etwa 50—70 *ccm* betragende Flüssigkeit wird nun nach Zufügen von 10—15 *ccm* 2%iger Natriumhydrokarbonatlösung mit $\frac{1}{50}$ Jodlösung bis zur Blaufärbung titriert.

1 *ccm* $\frac{1}{50}$ Jodlösung entspricht 1,202 *mg* Sb. Von 20 Proben Kunstseide, die Fellenberg untersuchte, erwiesen sich 6, von 12 Proben Baumwollgarn und 20 Proben Tuch je 2 als antimonhaltig. Gefunden wurden 0,047 bis 0,311%.

Die Bestimmung der Basizität von Chromextrakten und Chrombrühen führen W. Appelius und R. Schmidt²⁾, anknüpfend an ein Verfahren von Hartmann³⁾, in folgender Weise aus. Zur Chrombestimmung verdünnt man den Extrakt oder die Brühe mit so viel Wasser, dass sie in bezug auf Chromoxyd etwa 0,1 oder 0,15%ig wird, behandelt 50 *ccm* derselben mit Natriumsuperoxyd bis zu vollständiger Oxydation, lässt das Gemisch 10 Minuten sieden, gibt Schwefelsäure zu und setzt das Kochen noch 5 Minuten fort.

Die Flüssigkeit, deren Volumen jetzt etwa 150 *ccm* betragen soll, wird in eine Stöpselflasche gegossen, mit 10 *ccm* 10%iger Kaliumjodidlösung und 5 *ccm* verdünnter Salzsäure (1:4) versetzt, und nach etwa einer halben Stunde wird der Jodüberschuss mit Thiosulfatlösung zurücktitriert.

Die Kupferzahl gibt die Menge der an das Chrom gebundenen Säure an. Sie kann auf zweierlei Weise ermittelt werden. Man gibt entweder zu 50 *ccm* der verdünnten Lösung 0,5—1 *g* Kupferoxyd, lässt

¹⁾ Die Gegenwart von Zinn und Blei wirkt nicht störend, aber das Kupfer könnte zu Fehlern Veranlassung geben. — ²⁾ Collegium 1916, S. 161; durch Chem. Zentrbl. 87, II, 109 (1916). — ³⁾ Ledertechnische Rundschau 1911, Nr. 17 u. 18.

10—15 Minuten kochen, giesst die überstehende Flüssigkeit ab, wiederholt das Kochen noch zweimal mit wenig frischem Wasser, filtriert ab und titriert das abgekühlte Filtrat nach Zusatz von 10 *ccm* Kaliumjodidlösung (80 : 250) mit Thiosulfat. Nach diesem Verfahren werden regelmäßig nur $\frac{3}{4}$ der an Chrom gebundenen Säure erhalten, die Gesamtmenge lässt sich also leicht berechnen.

In einfacherer Weise und einwandsfreier gelangt man zum Ziel, wenn man 100 *ccm* der verdünnten Chromlösung mit 1—2 *g* Kupferoxyd zum Sieden erhitzt, erkalten lässt und auf 200 *ccm* bringt. Dann werden 100 *ccm* der überstehenden klaren Flüssigkeit abgehoben und weiter wie oben verfahren. Der Verfasser hat eine Tabelle aufgestellt, in welcher die der Kupferzahl, d. i. der auf 100 *g* Cr_2O_3 entfallenden Cu-Menge, entsprechende Basizität verzeichnet ist. Lösungen von Chromsulfat, -chlorid und -formiat können auf die beschriebene Weise untersucht werden, Lösungen von Chromlaktat nicht.

Untersuchung der Kalkwasser der Gerbereien. Bei der Lederfabrikation geht während der Behandlung der Häute mit Kalkwasser immer ein Teil der Hautsubstanz in Lösung, und es ist für die weitere Verwendung der Kalkbrühen von Wichtigkeit, zu wissen, in welchem Maße dies geschehen ist. H. G. Bennett¹⁾ empfiehlt für diesen Zweck, 25 *ccm* der filtrierten Flüssigkeit, da die verunreinigenden Substanzen schwach basisch reagieren, zuerst zur Neutralisation der starken Basen mit $\frac{n}{10}$ HCl und Phenolphthalein als Indikator und dann mit derselben Normallösung und Methylorange weiter zu titrieren.

Die Differenz zwischen dem Gesamt- und dem zweiten Verbrauch an Säure ergibt die Menge der gelösten Bestandteile und zwar entspricht 1 *ccm* $\frac{n}{10}$ HCl 0,0053 *g* Hautsubstanz.

Beiträge zur Chemie und quantitativen Bestimmung des Leims veröffentlicht M. Berrár²⁾. Dieselben beziehen sich auf die Eigenschaften des Leims und der gereinigten Gelatine und auf die quantitative Bestimmung des Leims auch neben Eiweisskörpern. Auf diese Arbeit möchte ich hier nur hinweisen.

3. Auf Pharmazie bezügliche Methoden.

Von

H. Mühe.

Einen Beitrag zur Mikrochemie einiger Anthrachinone liefert Emanuel Senft³⁾. Die Anthrachinonderivate, bzw. die Anthraglykoside kommen bekanntlich in sehr vielen Pflanzen vor und sind für einige Familien, wie Polygonaceen, Rhamnaceen und Rubiaceen charakteristisch.

¹⁾ Journ. Soc. Chem. Ind. **28**, 292 (1909). — ²⁾ Biochem. Ztschrft. **47**, 189 (1912); durch Chem. Zentrbl. **84**, I, 464 (1913). — ³⁾ Vortrag, gehalten in der Abt. 8 der 85. Versammlung Deutscher Naturforscher und Ärzte in Wien, nach eingesandtem Sonderdruck.