

kochenden Fehling'schen Lösung zusetzt, niemals eine scharfe Endreaction ein; es ist vielmehr unbedingt nothwendig, die ganze zur Reduction erforderliche Zuckerlösung in einem Strahle zuzusetzen. Das im hiesigen Laboratorium zur Anwendung kommende Verfahren der Zuckerbestimmung mit Fehling'scher Lösung geschieht in der Weise, dass 5 cc Fehling'scher Lösung in einer Porzellanschale mit 15 cc Wasser verdünnt und dann bis zum Sieden erhitzt werden; man lässt dann aus einer Bürette eine gewisse Menge der entsprechend verdünnten Zuckerlösung zufließen, und zwar in einem Strahle; man geht beim Zufließenlassen der Zuckerlösung in derselben Weise vor, wie beim Wägen; sind z. B. 10 cc Zuckerlösung zu viel, so wird man auf 5 heruntergehen, ist dies zu wenig, auf 7 steigen u. s. w. Bei einiger Übung gelingt es stets die richtige Menge bis auf $\frac{1}{10}$ cc genau in 3 bis 4 Versuchen zu finden. Nachdem man die Zuckerlösung zu der Fehling'schen Lösung hat zufließen lassen, kocht man genau 2 Minuten und beurtheilt dann die Reaction nach der Farbe; ist dieselbe grünlichgelb, so ist zu viel Zuckerlösung zugesetzt und man nimmt nach oben entwickelten Grundsätzen entsprechend weniger; ist die Flüssigkeit nach dem Kochen noch blau, so muss mehr zugesetzt werden. Die vielfach und auch bei Fresenius angegebene Prüfung mittels Ferrocyankaliumlösung, ob noch Kupfer vorhanden sei, hat sich nach den diesseitigen Versuchen als durchaus unbrauchbar erwiesen. Giesst man die stark alkalische, heisse Flüssigkeit, worin das Kupferoxydul suspendirt ist, durch ein Filter, so dringt immer etwas von dem Kupferoxydul mit durch und ergibt mit Ferrocyankaliumlösung nach dem Ansäuern mit Essigsäure die Kupferreaction weit über den Endpunkt hinaus; selbst die Anwendung von 2- und 3 fachen Filtern vermag dies nicht zu verhindern. Wenn man aber gar, wie auch Fresenius (Quantitative Analyse Bd. 2 S. 593) angibt, nach der Soxhlet'schen Abänderung, welche Fresenius zur Ausführung empfiehlt, 25 cc Kupferlösung und 25 cc Seignettesalzlösung unverdünnt nimmt, diese erhitzt und nach dem Kochen mit der Zuckerlösung durch ein Faltenfilter giesst, so wird dies in fast allen Fällen durch die stark alkalische, heisse Flüssigkeit reissen; in dem Filtrat aber wird, wenn auch das Filter ausnahmsweise ganz bleiben sollte, niemals durch Ferrocyankalium die Endreaction zu erkennen sein; ausserdem ist es eine ganz überflüssige Verschwendung von Reagentien, jedesmal 50 cc Fehling'sche Lösung zu verarbeiten.

Merkwürdiger Weise findet sich diese, wie man sich leicht überzeugen kann, in dieser Weise durchaus unausführbare Methode der Zuckerbestimmung auch in der Weinanalyse von M. Barth für die Bestimmung des Zuckers im Wein angegeben. Arbeitet man in oben entwickelter Weise mit 5 cc Fehling'scher Lösung, so tritt die Farbenveränderung so scharf ein, dass sich bis auf 0,1 cc absolut genau bestimmen lässt.

Nach den oben angeführten Beobachtungen und den Beleganalysen muss behauptet werden, dass keines der bis jetzt vorgeschlagenen Verfahren das Lintner'sche oder auch das auf denselben Grundsätzen beruhende Zipperer'sche mit dem Soxhlet'schen Dampftopfe an Sicherheit der Ausführung und Gleichmässigkeit der Resultate erreicht. Dem Asboth'schen Verfahren haften jedoch grosse Unregelmässigkeiten an.

Köln, im Januar 1888.

Mittheilungen aus Schmitt's Laboratorium in Wiesbaden.

1. Studien über die Analyse von Rohstoffen und Producten der Eisenindustrie.

Von

C. Meineke.

[Fortsetzung v. S. 7.]*)

c) Über die Bestimmung des Phosphors durch Molybdänfällung.

Wirkt Mangan der Fällung entgegen?

Welches auch der Grund sein mag, dass durch einfaches Auflösen von Eisen in Salpetersäure nicht aller Phosphor durch Molybdänlösung fällbar wird, darin waren bisher alle Chemiker einig, dass es, um ihn vollständig fällbar zu machen, nur einer sehr energischen Oxydation bedarf. Allein A. Tamm¹⁾ sieht auch in dem Mangan einen Körper, welcher, wenn in grösseren Mengen vorhanden, die Fällung wesentlich beeinträchtigt, so dass auch „sein Verfahren (Erhitzen der trocknen Nitrats auf mindestens 200°) bei sehr manganreichen Eisenlegirungen wie Spiegeleisen und in noch höherem Grade Manganeisen sehr variirende Phosphorgehalte gibt, die der Hälfte bis

*) In der ersten Abhandlung habe ich leider folgende Satzfehler übersehen:

S. 4 Sp. 2 Z. 19 v. o.: $\text{NH}_4\text{H}_3\text{C}_2\text{O}_2$ statt $\text{NH}_4\text{H}_3\text{C}_4\text{O}_4$.

Tabelle Spalte 6: desgl.

S. 6 Sp. 2 Z. 6 v. u.: 0,3 g statt 3 g.

¹⁾ Stahl u. Eisen 1887 S. 628; Z. 2 S. 37.

drei Viertheilen des wirklichen Phosphorgehaltes entsprechen können, immer aber bedeutend unter der Wirklichkeit bleiben“. Er empfiehlt hiernach, den grössten Theil des Mangangehaltes durch Fällung des Eisens als basisches Acetat und mehrmaliges Auswaschen zu entfernen und nunmehr den Eisenniederschlag, welcher alle Phosphorsäure enthält, zur Molybdänfällung zu benutzen. In gleicher Weise müssen nach ihm „manganreiche Erze, Braunsteine und ähnliche Stoffe“ behandelt werden.

Ein solcher Ausspruch von dieser Seite muss natürlich in hohem Grade beachtenswerth erscheinen. Glücklicherweise — denn es würde nicht nur das angegebene Verfahren in hohem Grade lästig, sondern auch eine grosse Reihe von bisher ausgeführten Analysen falsch sein, und es würden dadurch viele hochgeschätzte Eisensorten und Manganerze eines grossen Theiles ihrer Vorzüge beraubt werden — glücklicherweise also kann ich fest behaupten, dass ein Mangangehalt ohne jeden Einfluss auf die Fällbarkeit der Phosphorsäure durch Molybdate ist.

Zur Prüfung der Frage untersuchte ich zunächst 2 hochhaltige Ferromangane, einmal indem ich die trocknen Nitrate glühte, in Salzsäure löste, auf dem Wasserbade fast zur Trockne dampfte und nach Zersetzung der Chloride durch überschüssige Salpetersäure, wobei nur Kieselsäure ungelöst blieb, mit Molybdänlösung fällte, das andere Mal indem ich die salzsaure Lösung der getrockneten und geglühten Nitrate mit Ammoniumcarbonat neutralisirte, das Eisen durch Ammoniumacetat fällte, den Niederschlag auswasch, in Salzsäure löste, beinahe zur Trockne dampfte und nun erst nach Digestion mit Salpetersäure mit Molybdänlösung fällte.

Erhalten wurden bei

Ferromangan 1 mit 78,68 Proc. Mn nach der Glühmethode: 0,160—0,160 Proc. P. nach der Glüh- u. Acetatmethode: 0,161 Proc. P.

Ferromangan 2 mit 78,18 Proc. Mn nach der Glühmethode: 0,378—0,375 Proc. P. nach der Glüh- u. Acetatmethode: 0,374 Proc. P.

Ferner wurde geglühter Raseneisenstein mit 50 Proc. Fe und Spuren Mn für sich und mit verschiedenen Manganzusätzen untersucht mit folgenden Ergebnissen:

1. Raseneisenstein für sich 1,91 Proc. P.
2. Zur Nitratlösung von 1,75 g des Eisensteines wurden 0,75 g Mn als Nitrat hinzugefügt: 1,96 Proc. P.
3. Zur Nitratlösung von 1,75 g des Eisensteines wurden 3 g Mn als Nitrat hinzugefügt: 1,98 Proc. P.
4. 1,75 g Eisenstein und 3 g Mn_3O_4 wurden zusammen gelöst: 1,93 Proc. P.

Diese 6 Versuche dürften zur Genüge die Einflusslosigkeit des Mangans auf die Phosphorsäurefällung beweisen. Da Tamm's

Versuche aber doch einen thatsächlichen Hintergrund haben müssen, glaube ich — an der citirten Stelle sind Beleganalysen nicht angeführt — denselben darin zu finden, dass er, mit Spiegeleisen und Ferromanganen arbeitend, die Nitrate derselben nicht glühte, sondern nur auf etwa 200° erhitzte und dass diese Temperatur nicht ausreichte, um den ganzen Phosphorgehalt dieser hochgekohlten Eisenverbindungen fällbar zu machen.

Mit welcher Sicherheit kann man aus der in der salpetersauren Lösung eines Eisens enthaltenen fällbaren Phosphormenge auf den Gesamtmphosphorgehalt schliessen?

E. F. Wood²⁾ erhielt durch einfaches Lösen von Stählen $\frac{2}{3}$, M. A. v. Reiss³⁾ $\frac{3}{4}$ des Gesamtmphosphors in fällbarer Form. Das sind grosse Differenzen bei dennoch anscheinender Gesetzmässigkeit. Da auch mir ein ziemlich umfangreiches Material von zum Theil eigenen, zum Theil von in Hüttenlaboratorien ausgeführten Untersuchungen zu Gebote steht, habe ich es zur Beantwortung der Frage in der Überschrift zusammengestellt. Es bezeichnen die Zahlen

der Spalte I die Phosphorgehalte, welche durch einfaches Lösen des Eisens in Salpetersäure erhalten wurden;
„ „ II die Phosphorgehalte, welche nach Abdampfen und Glühen erhalten wurden;
„ „ III die procentalen Mengen von II, welche mit I erhalten wurden:

	I.	II.	III.
			Proc.
Thomasstahl	0,032*—0,034	0,044*—0,044*	76,3
„	0,045*—0,047	0,057*—0,053*	83,6
„	0,037*—0,038	0,056*—0,054*	68,1
„	0,045	0,066*—0,067*	67,6
„	0,057*—0,059	0,083*—0,083*	69,9
„	0,043*—0,046	0,058*—0,059*	76,0
„	0,035*—0,033*—0,036	0,046*—0,047*	74,5
„	0,053	0,094	56,3
„	0,045	0,076	64,3
„	0,045	0,076	59,2
„	0,044	0,059	74,6
„	0,055	0,082	67,0
„	0,070—0,069	0,088*	79,0
„	0,064	0,080*	80,0
„	0,066	0,088*	73,9
„	0,072	0,091*	79,1
„	0,068	0,077*	88,3
„	0,076	0,085*	88,6
Thomaseisen	1,855	2,194	84,5
mit Proc. Mn			
Spiegeleisen	11 0,054	0,082	65,8
„	20 0,060	0,090	66,6
Ferromangan	51 0,190	0,262	72,5
„	52 0,142	0,282	50,4
„	53 0,256	0,375	68,3
„	78 0,117	0,160	61,9
„	78 0,233	0,376	73,1

(Die mit * bezeichneten Analysen wurden in den Laboratorien der Hütten, welchen ich die Proben verdanke, ausgeführt.)

²⁾ Z. anal. 1886 S. 497; Z. 1 S. 45.

³⁾ Stahl u. Eisen 1887 S. 401; Z. 2 S. 248.

Nach diesen Analysen unterliegen die Mengen des durch Lösen in Salpetersäure fällbar werdenden Phosphors grossen Schwankungen, welche wahrscheinlich durch sehr gleichmässiges Arbeiten gehoben werden können. Dadurch erklärt sich auch, dass, trotz des von Wood und von v. Reiss wesentlich verschieden angenommenen Factors die Analysen von jedem einzeln ausgeführt recht gut mit den beiderseitigen Voraussetzungen übereinstimmen.

Oxydation der zu fällenden Lösung durch Chromsäure oder Permanganat.

Zur Bestimmung des Gesamtposphors ohne das lästige Abdampfen und Glühen der Nitate ist von Wood⁴⁾ und von mir⁵⁾ Oxydation der Nitratlösung durch Chromsäure empfohlen worden. v. Reiss hat bei Prüfung der Methode wiederholt gefunden, dass sich dem Molybdänniederschlag Chromoxyd beigesellt und dass in Folge dessen der Magnesianiederschlag ein zu hohes Resultat gab, wenn nicht vor der Magnesiafällung das Chromoxyd durch Wasserstoffsperoxyd zu Chromsäure oxydirt wurde. Ich vermuthete, dass dieses Mitfallen von Chromoxyd durch Mangel an Salpetersäure bedingt war. Wie ich an mitgetheilter Stelle nachgewiesen habe, hat man, selbst von grossen Mengen freier Salpetersäure unvollständige Fällung nicht, wohl aber bei Mangel daran ein Mitfallen von Eisenoxyd zu befürchten. Das gilt wohl auch beim Chromoxyde. Der durch Ausfallen von Chromoxyd verursachte Fehler konnte sich in erheblichem Masse auch nur bei Bestimmung des Phosphors als Magnesiumpyrophosphat bemerkbar machen, während er bei directer Wägung des Molybdänniederschlags einer verschwindend kleinen Phosphormenge entsprochen hätte.

P. Vorwerk⁶⁾ bestätigt die Sicherheit und schnelle Ausführbarkeit der von mir empfohlenen Methode der Oxydation durch Chromsäure und Überführen des gelben Niederschlags durch sehr gelinde Glühen in $\text{Mo}_{24}\text{O}_{68}\text{P}_2\text{O}_5$. Die von ihm mitgetheilten 40 Beleganalysen von 20 verschiedenen Stählen und Roheisen stimmen auf das Genaueste mit den durch Abdampfen und Glühen und Wägung des Magnesiumpyrophosphat erhaltenen Resultaten. Aber mit einer Einschränkung gibt er doch sein Gutachten ab, nämlich hinsichtlich hochgekohlter Eisen (mit mehr als etwa 3 Proc. C); für diese zieht er die Abdampf- und Glühmethode als sicherer vor. Und in der That habe auch

ich mit diesen Eisensorten weniger günstige Erfolge erzielt. Es war nach diesen Erfahrungen mein Bestreben, die oxydirende Wirkung der Chromsäure noch mehr, als es durch reichlichen Zusatz von Salpetersäure von 1,4 sp. G. geschehen konnte, zu erhöhen. Als einfaches Mittel stellte sich die Anwendung von Schwefelsäure dar. Die an und für sich geringe Befürchtung, dass diese auf die Molybdänfällung einen nachtheiligen Einfluss üben könne, hat sich nicht bestätigt; es scheint mir im Gegentheil die Anwesenheit von Ammoniumsulfat günstig auf schnelles Abklären des anscheinend viel dichter ausfallenden Niederschlags zu wirken.

Das Verfahren gestaltet sich mit dieser Abänderung wie folgt: 4,375 g Eisen werden in 40 bis 50 cc Salpetersäure im bedeckten Becherglase gelöst; für manganreiche Eisen genügen 40 cc, während für manganarme die höhere Zahl cc zu wählen ist. — Nach erfolgter Lösung werden 30 cc verdünnte Schwefelsäure (1 Vol. Säure: 1 Vol. Wasser) zugesetzt und wird auf etwa 15 bis 20 cc abgedampft. Nun fügt man $2\frac{1}{2}$ bis 3 g Chromsäure (nicht mehr) in concentrirter Lösung oder in Krystallen hinzu und erhält bei wiederbedecktem Becherglase etwa 10 Minuten im Sieden. Hiermit ist vollständige Oxydation etwa vorhanden gewesener phosphoriger Säure und der gelösten Kohlenstoffverbindungen erreicht. Ohne vollständig erkalten zu lassen, verdünnt man vorsichtig mit Wasser. — War zu weit eingedampft, so scheidet sich Mangansperoxyd ab, welches leicht Phosphorsäure enthalten könnte. Man kann dieses durch Wasserstoffsperoxyd wieder reduciren. Dabei erfolgt aber auch Reduction an Chromsäure zu Chromoxyd; das ist der Hauptgrund, weshalb ich vorher anrieth, nicht übergrosse Mengen Chromsäure anzuwenden; denn mit dieser wächst auch die erforderliche Menge Wasserstoffsperoxyd. Das hätte an und für sich Nichts zu sagen, wenn dasselbe nicht stets geringe Mengen Phosphorsäure enthielte. Das reinste Präparat, welches mir bis jetzt vorgekommen ist, hat mir Dr. W. Halberstadt in Weissensee bei Berlin geliefert; aber auch in diesem bestimmte ich noch 0,0007 g Phosphor in 100 cc. Bei Verbrauch grösserer Mengen sind dieselben abzumessen und die darin enthaltene Phosphormenge zu berücksichtigen. Die nunmehr nur von Kieselsäure und etwaigem Graphit getrübbte Lösung wird auf 250 cc verdünnt und durch ein trockenes Faltenfilter gegossen. Zur Bestimmung der Phosphorsäure werden 100 cc abpipettirt, nach theilweiser Neutralisation der freien Säure durch Ammoniak auf 85 bis 90° erwärmt

⁴⁾ Z. anal. 1886 S. 491; Z. 1 S. 45.

⁵⁾ Rep. anal. Ch. 1886 S. 325.

⁶⁾ Chemzg. 1887 S. 98; Z. 1 S. 313.

und mit 50 bis 100 cc Molybdänlösung gefällt. — Es ist gut, diese Fällung in einem nicht zu kleinen Becherglase vorzunehmen, so dass die Flüssigkeit die halbe Höhe desselben nicht erreicht. Neigt man das Glas, nachdem sich der Niederschlag abgesetzt hat, so weit, dass ein Theil des Glasbodens von Flüssigkeit entblösst wird, so erhält man denselben vollkommen frei von Niederschlag; dieser wird auch bei vorsichtigem Zurückbringen des Glases in normale Stellung nicht wieder aufgerührt. Beobachtet man nach etwa $\frac{1}{2}$ Stunde, dass die vom Niederschlage befreite Stelle des Glasbodens auch jetzt noch frei davon ist, so ist Fällung und Abklärung vollständig und die Flüssigkeit kann mit einem Heber bis auf minimale Mengen abgezogen werden. Der Niederschlag wird auf einem möglichst kleinen Filter gesammelt, zunächst mit einer salpetersauren 10 proc. Lösung von Ammoniumnitrat und zuletzt, zur Entfernung etwa abgeschiedenen Ammonium-Kieselmolybdates⁷⁾, einige Male mit kaltem Wasser ausgesüsst und durch schwaches Glühen in Molybdän-Phosphormolybdat ($P_2O_5, Mo_{24}O_{68}$) überführt; jedes Gramm von diesem entspricht jetzt 1 Proc. Phosphor.

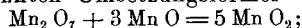
M. A. v. Reiss⁸⁾ hat bei Stahlanalysen Kaliumpermanganat statt der Chromsäure benutzt und damit sehr befriedigende Resultate erhalten. Ich habe dieses Verfahren mit einigen Änderungen auch auf hochgekohlte Eisen und zwar mit bestem Erfolge angewandt. Wie vorhin löste ich 4,375 g des Eisens in 40 cc Salpetersäure von 1,3 spec. G. Bei Gegenwart von viel Mangan beobachtete

Flüssigkeit klar. — Wiederholt erhielt ich ferner erheblich zu niedrige Phosphorgehalte, wenn ich die zur Oxydation bestimmte Permanganatmenge auf ein Mal hinzufügte. — Mit durchaus befriedigendem Resultat arbeitete ich indessen, wenn ich nach erfolgter Lösung 25 cc Salpetersäure (1,4 spec. G.) und zunächst 5 cc einer Lösung von 15 g Permanganat im Liter Wasser zusetzte und zum Kochen erhitzte. Nach einigen Minuten setzte ich weitere 5 cc Permanganat zu und ein drittes Mal: in der Regel schied sich jetzt Mangansuperoxyd aus, dessen Menge sich auf nochmaligen Zusatz von Permanganat zu vermehren schien. Zur Sicherheit unterhielt ich aber das Kochen nach nochmaligem Zusatze von 5 cc Permanganat noch einige Minuten. — Nach kurzem Abkühlen reducirte ich das ausgeschiedene Mangansuperoxyd durch vorsichtigen Zusatz von Wasserstoffsuperoxyd. Die Lösung war jetzt wohl etwas stärker gefärbt, als es eine von organischen Verbindungen ganz freie Eisennitratlösung zu sein pflegt, enthielt aber allen Phosphor durch Molybdänlösung fällbar. Die erkaltete Lösung wurde nun auf 250 cc gebracht und im Übrigen genau wie bei der Oxydation durch Chromsäure beschrieben ist, behandelt.

Die folgende Zusammenstellung der nach verschiedenen Oxydations-Verfahren erhaltenen Resultate dürfte zur Genüge die Anwendbarkeit der vorstehend beschriebenen Methoden, gleichzeitig auch die häufig unvollständige Fällung bei Chromsäure-Oxydation ohne Schwefelsäure erweisen:

	Oxydation durch Abdampfen und Glühen Proc. P	Oxydation durch $HNO_3 + CrO_3$ Proc. P	Oxydation durch $HNO_3 + H_2SO_4 + CrO_3$ Proc. P	Oxydation durch $KMnO_4$ Proc. P
Thomaseisen	1,822—1,839	1,863	1,859	—
- - - - -	2,708—2,711	2,764	2,830	—
Schwedisches Roheisen.	0,045	—	0,046—0,047—0,048	0,042
Spiegeleisen				
mit 10 Proc. Mn	0,085—0,084	—	0,080—0,084—0,084	—
- - 20 - -	0,124	—	0,127—0,129	—
- - 20 - -	0,091—0,088—0,091	—	0,087	0,095—0,090
Ferromangan				
mit 51 - -	0,264—0,264—0,258	0,216	0,265—0,273	0,256—0,249
- - 52 - -	0,288—0,281—0,279	0,265	0,275—0,275	0,277—0,270
- - 53 - -	0,371—0,382	0,366	0,377—0,374	0,361—0,358
- - 78,1 - -	0,375—0,378	0,358	0,386—0,373	0,361
- - 78,6 - -	0,160—0,160	0,147	0,163—0,164	0,169

ich jetzt auf Zusatz auch an kleineren Mengen Permanganat sofort eine Abscheidung von Mangansuperoxyd, wohl auf Grund der bekannten Umsetzungsformel



denn bei manganarmen Roheisen blieb die

Haben die in Erzen vorkommenden organischen Substanzen pflanzlichen Ursprungs Einfluss auf die Fällung?

Zur Entscheidung dieser Frage veranlasste ich Herrn Schweighöfer zu einer vergleichenden Untersuchung einer grösseren Anzahl von Rasenerzen in geglühtem und ungeglühtem Zustande. Obwohl die Lösungen

⁷⁾ Vergl. hierüber: Isbert u. Stutzer in Z. anal. 1887 S. 585.

⁸⁾ Stahl u. Eisen 1887 S. 402; Z. 2 S. 248.

der ungeglühten Erze von organischen Substanzen eine erheblich dunklere Farbe hatten als die der geglühten, liess sich doch eine hierauf zurückführende Differenz in den Ergebnissen der Phosphorgehalte nicht nachweisen:

	Nicht geglüht Proc. P	Geglüht Proc. P
Rasenerz No. 1	0,748	0,722
- - 2	0,772	0,755
- - 3	0,956	0,939
- - 4	0,828	0,827
- - 5	0,915	0,856
- - 6	0,922	1,011
- - 7	0,586	0,604
- - 8	1,797	1,671
- - 9	1,275	1,236
- - 10	1,186	1,187

3) Studien aus dem Gebiete des bacteriologisch-hygienischen Untersuchungswesens.

Von

Valentin Gerlach.

a) Das Creolin.

Unter der grossen Anzahl von Mitteln, welche uns in den letzten Jahren bescheert wurden mit der Versicherung, dass ihnen in hohem Grade die Eigenschaft zukomme, Mikroorganismen zu tödten, hat das Creolin in besonderem Maasse die Aufmerksamkeit wissenschaftlicher Kreise auf sich gezogen, so dass uns schon eine Reihe von Untersuchungen über das Präparat vorliegen. Das Lob, welches dem Mittel von Seiten englischer Gelehrten gespendet wurde, hat es vermocht die Scheu, welche man in deutschen Gelehrtenkreisen gegen „Geheimmittel“ hat — und zu diesen müssen wir im Sinne höchstlicher Entscheidung vorläufig das Creolin noch rechnen — zu überwinden.

Creolin stellt eine dunkelbraune, syrupöse Flüssigkeit dar, von scharfem, theerähnlichem Geruch. Dieselbe ist in Wasser nicht löslich, bildet mit letzterem vielmehr eine milchig trübe Emulsion. In Alkohol löst sich Creolin nahezu in jedem Mengenverhältniss; die alkoholische Lösung ist braun gefärbt und zeigt in gewisser Concentration Fluorescenz. Das spec. Gewicht der Creolinflüssigkeit beträgt 1,048 bei 15°.

Der Versuch in der Emulsion mit Wasser die Menge des Alkali durch directes Titriren zu bestimmen führte nicht zum Ziel, so dass als nächste Aufgabe das Aufheben der Emulsion gegeben war. Dabei zeigte sich, dass letzteres gelingt durch Zusatz von Säuren, von

Alkalien und von Salzen. Bei directem Zusatz von Salzen ist aber eine viel grössere Menge derselben zu diesem Zwecke nothwendig, als wenn man die im Creolin vorhandene Menge Alkali mit der entsprechenden Säuremenge abstumpft. Durch den Versuch ist festgestellt, dass eine Emulsion von etwa 2,5 Proc. Creolin in Wasser durch 0,25 Proc. Na Cl gestört werden kann, wenn die entsprechende Menge Säure zugesetzt war und das Zurückmessen der Säure mittels Lauge geschah. Wurden also z. B. zu einer Emulsion von 25 g Creolin in 1000 cc Wasser 40 cc Normalsalzsäure und dann 9,1 cc Normalnatron gegeben, so schied sich eine braune, theerartige Masse derart aus, dass dieselbe sich vollständig trennen liess von einem klaren Filtrat. Wurde dieselbe Methode verwendet bei einem Gemisch von über etwa 2,5 Proc. Creolin und Wasser, so trat auch eine Ausscheidung jener braunen Masse auf, die übrige Flüssigkeit aber gab auf Zusatz von Wasser stets noch eine milchige Trübung (Kohlenwasserstoffe u. dgl.). Es beweist diese Thatsache, dass die möglichst vollkommene Emulsion von Creolinflüssigkeit in Wasser bei etwa 2,5 Proc. liegt. Will man die Emulsion durch directen Zusatz von Alkali heben, so gehört eine verhältnissmässig grosse Menge des letzteren zur Erreichung dieses Zieles. Es sei hierbei bemerkt, dass es nicht gelang die aus der Emulsion abgeschiedene braune Flüssigkeit wieder in Emulsion zu bringen.

Die Bestimmung des Alkali in der Creolinflüssigkeit geschah nun in der Weise, dass in etwa 500 cc einer 2,5 proc. wässerigen Creolinemulsion durch Zusatz von Normalschwefelsäure die Emulsion aufgehoben wurde, so dass ein klares Filtrat entstand, welches 2,94 Proc. Alkali (Na OH) enthielt.

Die Gesamttaschenmenge beträgt 4,08 Proc. In derselben sind Salze und zwar hauptsächlich schwefelsaures Natron, kohlen-saures Natron und Chlornatrium in geringer, wechselnder Menge und zwar etwa soviel enthalten, als im rohen Ätznatron vorhanden zu sein pflegen. Auch die Gegenwart verschieden grosser, manchmal nicht ganz geringfügiger Mengen von Eisen spricht dafür, dass bei Herstellung das Creolin dem Destillat rohes Ätznatron zugesetzt wird.

Was die organischen Bestandtheile des Creolin, welches nach Angabe der Prospective das Product der trockenen Destillation einer besonderen Art von Steinkohle mit einem Zusatz von Alkali ist, anbelangt, so wurde der Versuch, die einzelnen Kohlenwasserstoffe durch fractionirte Destillation zu bestimmen, wie dies von einigen Seiten z. B. von Biel