

production und Ausfuhr deutet auf einen derartigen Zusatz hin.

Die Menge Fuselöl, die sich in der endgiltigen Handelswaare vorfinden darf, kann, vorausgesetzt, dass reinest rectificirter Weingeist zum Verdünnen des Weindestillats benutzt wurde, nur eine sehr geringfügige sein. Von ausserordentlich hohen Fuselwerthen, wie sie Fresenius beobachtet haben will, kann deshalb keine Rede sein. Die zur Herstellung des Roheognacs dienenden Apparate sind so gut construirt, dass thatsächlich ein Eingehen von Fuselöl in das Weindestillat vermieden werden kann.

Dr. Elsner. Für diejenigen Leute, welche unbedingt reinen Cognac haben wollen, besteht ja die Apotheke und, wer sonst Fuselöl haben will, der mag es sich ausserhalb der Apotheke kaufen. — Auf den Antrag wird verzichtet.

Schliesslich folgt noch ein Vortrag von Dr. Raupenstrauch:

Mittheilungen aus dem Gebiete des Arzneimitteluntersuchungswesens.

Derselbe hält die bisherigen Untersuchungen der Arzneimittel in den Apotheken für ungenügend, wird aber von Dr. Bernh. Fischer und Dr. Klinger widerlegt.

Die Feststellung des Ortes der nächstjährigen Versammlung wird dem Vorstande überlassen, doch wird als wünschenswerth Stuttgart bezeichnet.

Damit wird die Sitzung um 3 $\frac{1}{2}$  Uhr geschlossen. —

Um 4 $\frac{1}{2}$  Uhr fanden sich die Mitglieder noch einmal zu einem gemeinschaftlichen Essen im Continentalhotel zusammen. Dann besuchte noch ein Theil derselben die städtische Brauerei, ein anderer die städtischen Wasserwerke.

Am Donnerstag d. 24. Mai wurde der beabsichtigte Ausflug nach dem Hochofenwerke der Ilsederhütte ausgeführt. Herr Director Spamer übernahm in lebenswürdigster Weise die Führung durch die grossartigen Anlagen.

Aus den Betriebsergebnissen der Ilseder Hütte für 1886 mögen folgende Angaben eingeschaltet werden: Es wurden erblasen: mit dem Hochofen I in 264 Tagen 34 121 310 k Roheisen oder täglich 129 247 k, mit dem Hochofen II in 112 Tagen 15 620 850 k Roheisen oder täglich 139 471 k, mit dem Hochofen III in 365 Tagen 53 990 690 k Roheisen oder täglich 147 920 k, zusammen in 741 Hochofentagen 103 732 850 k Roheisen oder 139 990 k im Hochofentag; im Jahre 1885 betrug die Production 104 950 270 k Roheisen oder 143 767 k im Hochofentag. — Am 1. Januar 1886 enthielt das Roheisenlager 152 340 k und am 31. December 184 690 k. Es sind somit einschliesslich der Ablieferungen an das Peiner Walzwerk abgesetzt 103 700 500 k. Hiervon erhielt das Peiner Walzwerk 90 730 000 k, ausgeführt wurden 9 290 000 k und an inländische Abnehmer

wurden abgesetzt 3 680 500 k. Der Hochofen verbrauchte an Rohstoffen:

18 920 k Alteisen	} 2736 k f. l t Roheisen.	
283 789 668 - Erze u. Schlacken		
90 819 600 - Koks . . . . .		875 - - -
1362 600 - Heizkohlen . . . . .		13 - - -

Im Vergleich zum Vorjahre ist der Erzverbrauch um 59 k und der Koksverbrauch um 29 k f. d. Tonne gesunken, während der Verbrauch an Heizkohlen um 10 k gestiegen ist.

Nach eingenommenem Mittagessen führte ein von der Hütte freundlichst gestellter Sonderzug die Theilnehmer nach dem Peiner Walzwerk, um hier die Entphosphorung dieser gewaltigen Eisenmassen zu beobachten. Gewiss eines der grossartigsten Verfahren aus dem grossen Gebiete der „angewandten Chemie“! Natürlich wurde auch das grosse Laboratorium unter liebenswürdiger Führung der Herren Beamten eingehend besichtigt.

Damit fand die erste Hauptversammlung der Deutschen Gesellschaft für angewandte Chemie ihren Abschluss.

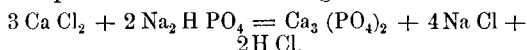
Ferd. Fischer.

## Versuch einer directen Bestimmung der Phosphorsäure als dreibasisch phosphorsauren Kalk.

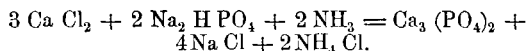
Von

H. Tzschucke.

Wird eine Auflösung von neutralem Chlorcalcium mit einer Lösung von gewöhnlichem phosphorsauren Natron zusammengebracht, so verschwindet die alkalische Reaction des letzteren Salzes und die Mischung nimmt eine saure Reaction an, entsprechend der Gleichung:



Der entstehende Niederschlag von dreibasisch phosphorsauem Kalk wird also sogleich durch die sich bildende Salzsäure in den neutralen phosphorsauren Kalk übergeführt, so dass je nach der Dauer der Einwirkung und Concentration der Flüssigkeiten Niederschläge von wechselnder Zusammensetzung erhalten werden, und es auch nicht gelingen kann sämmtliche Phosphorsäure durch Chlorcalcium zu fällen, da neben der sich bildenden Salzsäure auch das gebildete Chlornatrium lösend auf den Niederschlag einwirkt. Wird aber eine stark ammoniakalische Lösung von gewöhnlichem phosphorsauren Natron mit Chlorcalcium gefällt, so fällt sämmtliche Phosphorsäure als dreibasisch phosphorsaurer Kalk nieder n. d. Gleichung:



Aufgabe dieser Untersuchung war es nun festzustellen, unter welchen Umständen es gelingt die Phosphorsäure durch Chlorcalcium bei Gegenwart von freiem Ammoniak zum Zweck ihrer quantitativen Bestimmung als chemisch reinen dreibasisch phosphorsauren Kalk auszufällen.

Die hierzu verwandten Lösungen enthielten: I. in 50 cc = 0,1678 g Phosphorsäure (als gewöhnlich phosphorsaures Natron), entsprechend 0,3660 dreibasisch phosphorsauem Kalk. II. in 50 cc = 0,480 g Kalk (als Chlorcalcium). Nach vielfach misslungenen Versuchen, in denen die Resultate zu hoch ausfielen, wurde endlich auf folgende Weise ein absolut richtiges Resultat erzielt.

Zu 50 cc der Phosphorsäurelösung werden reichlich soviel Tropfen Salzsäure zugesetzt, dass bei dem Eingiessen der Chlorcalciumlösung keine Fällung entsteht, sondern der Niederschlag sich nur erst durch das in reichlichem Überschuss zugefügte Ammoniak ausscheidet, darnach wird sofort noch das Ganze mit dem doppelten Volumen kalten Wassers verdünnt; der Niederschlag kann sofort auf ein schnelllaufendes Filter gebracht und mit kaltem Wasser ausgewaschen werden, bis das Filtrat keine Kalkreaction mehr zeigt. Erwärmen ist dabei zu vermeiden; bei zu grossem Überschuss von Chlorcalciumlösung fällt das Resultat zu hoch aus, was übrigens auch bei Anwendung von Chlormagnesiumlösung der Fall ist; so wurden erhalten anstatt 0,3660 g dreibasisch phosphorsauem Kalk bei Anwendung von

32 cc Chlorcalciumlösung	= 0,3660 g
33                               -	= 0,3660
34                               -	= 0,3680
45                               -	= 0,3710

Da die auszufällende Phosphorsäure von 0,1678 g nur 0,1984 g Kalk zur Bindung braucht, so sind selbst schon in 32 cc mit 0,3072 g Kalk ein grosser Überschuss davon vorhanden.

Wird nun dies angegebene Verfahren bei Bestimmung der Phosphorsäure in den Phosphaten des Handels, welche meist ausschliesslich aus phosphorsauem Kalk bestehen, angewandt, so hat man deren salzsaure oder salpetersaure Lösung nur mit Ammoniak auszufällen, den Niederschlag abzufiltriren, zu glühen und zu wägen; das Gewicht gibt direct den Gehalt an dreibasisch phosphorsauem Kalk, oder dasselbe mit 0,458 multiplicirt den Phosphorsäuregehalt. Bei eisen- und thonerdehaltigem Material muss natürlich eine gesonderte Bestimmung des Sesquioxid-Phosphats ausgeführt werden, das Gewicht

desselben mit 0,53 multiplicirt wird vom Gewicht des Gesamtniederschlags durch Ammoniak abgezogen.

Da natürlich ein grosser Überschuss des Kalkes gegen die vorhandene Phosphorsäure, ein Kieselsäure-, Fluor- und grösserer Magnesiagehalt des Phosphates bei der Bestimmung von Einfluss sind und die Resultate leicht zu hoch ausfallen, so ist doch die Möglichkeit der Bestimmung der Phosphorsäure bei reinem Kalkphosphat als dreibasisch phosphorsaurer Kalk bewiesen. Reicht in den Phosphaten, wie z. B. in den meisten praecip. phosphorsauem Kalk des Handels, der Kalk nicht zur vollständigen Bindung als dreibasisch phosphorsaurer Kalk aus, so müssen vor der Fällung einige Tropfen Chlorcalciumlösung zugefügt werden.

Gibt auch dieses Verfahren nicht in allen Fällen zufriedenstellende und zuverlässige Resultate, so kann es doch seiner schnellen Ausführung wegen und bei einiger Übung dazu dienen, die Reinheit eines Phosphates und das Verhältniss von Kalk zu Phosphorsäure schnell festzustellen, was namentlich dem Fabrikchemiker oft von Nutzen sein kann. Je reiner ein Phosphat, um so richtiger fallen die Resultate aus; z. B. Curacao Phosphat enthaltend:

39,55 Proc.  $\text{P}_2\text{O}_5$  entspr.: 86,34 Proc.  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$   
 51,52    -    CaO  
 1,29    -    MgO

ergab bei directer Fällung mit Ammoniak, nach Abzug des entsprechenden Sesquioxid-Gehalts, bei Anwendung von

0,5 g Phosphat = 0,4320 u. 0,4310 g  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$   
 d. i. 86,4 u. 86,2 Proc.

Nachfolgend eine Reihe von Bestimmungen, welche zum Theil aus salzsaurer sowie aus salpetersaurer Lösung ausgeführt wurden; zur Anwendung kamen 50 cc Lösung, entsprechend 0,5 g Substanz; das in Abzug zu bringende Sesquioxid wird durch einmalige Fällung mit Ammoniak und Essigsäure erhalten.

	$\text{P}_2\text{O}_5$	$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2^1)$	$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2^2)$
Knochenmehl	29,18	63,70	63,70
-	28,22	61,61	62,20
-	28,29	61,73	62,30
-	10,75	23,47	23,40
-	18,82	41,08	41,70
Knochenkohle	33,42	72,98	72,60
-	27,57	60,19	60,40
-	29,17	63,68	63,70
-	25,36	55,36	55,20
-	27,90	60,90	61,10
Coprolith	18,37	40,10	41,00
Apatit	35,33	77,13	78,80
Knochenasche	33,02	72,08	72,00
präc. Kalk	31,04	67,95	68,0
-	29,05	63,42	63,40
Podolisch. Phosphat	34,75	75,86	75,20
Somme Phosphat	30,84	67,33	70,0

<sup>1)</sup> Durch MgO-Fällung gefunden.

<sup>2)</sup> Durch Amon.-Fällung als  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  gefunden.

Obgleich die Übereinstimmung der Resultate unter sich, bei wiederholter Ausführung der Arbeit eine gute zu nennen war, aber doch mit denen durch Magnesiafällung erhaltenen bisweilen sehr von der Richtigkeit abwichen, so wird doch vielleicht durch diese Versuche Veranlassung gegeben, die Ursache dieser Fehler zu erforschen und zu beseitigen. Die directe Bestimmung als dreibasisch phosphorsaur. Kalk würde dann einfacher und schneller auszuführen sein als diejenige mit Anwendung von Chlormagnesiumlösung; auch würde der dreibasisch phosphorsaure Kalk wegen seines höheren Atomgewichts gegenüber der pyrophosphorsauren Magnesia bei der quantitativen Bestimmung der Vorzug zu geben sein.

Magdeburg, Juni 1888.

### Über den Gebrauch der Knochenkohle zur Entfärbung dunkler Zuckerlösungen.

Von  
E. Bauer.

So eingehende Arbeiten über die Absorption von Zucker, Salzen, Farbstoffen u. dgl. durch Knochenkohle vorliegen, wie jene von Bodenbender, Ventzke, Scheibler, Walberg, Graham, Walkhoff u. A., so wenig Klarheit und Gleichmässigkeit herrscht beim Gebrauche des Spodiums zur Entfärbung dunkler Zuckersäfte behufs Polarisation. Die hierüber in der Literatur zu findenden Angaben, ebenso wie die unter den practischen Chemikern gebräuchlichen Gepflogenheiten weichen ungemein von einander ab. So finden wir über die Menge und Beschaffenheit des zu verwendenden Spodiums, über Dauer der Einwirkung und Correction des zu begehenden Fehlers entweder gar keine oder höchst unvollkommene Angaben. Meist wird nur im Allgemeinen angerathen, bei dunklen Nachproducten, welche durch Bleiessig nicht genügend entfärbt werden, etwas bei 130° getrocknete Knochenkohle zu verwenden. Über einen in Rechnung zu ziehenden Absorptionsfactor wird nichts bemerkt. Oder wie Landolt empfiehlt, werden 30 bis 40 cc vom Bleiessigfiltrat mit 3 bis 6 g gepulverter, scharf getrockneter Knochenkohle zusammengebracht, anhaltend geschüttelt und 12 bis 24 Stunden stehen gelassen. Das Absorptionsvermögen der Kohle soll für reine Zuckerlösungen vorher bestimmt und entsprechend zu berücksichtigen sein.

Abgesehen davon, dass eine 12 bis 24 Stunden dauernde Einwirkung zur Entfärbung der dunkelsten Producte völlig unnöthig erscheint, ist es durchaus nicht gleichgiltig, ob die Absorption eine Minute oder ein beliebig Vielfaches derselben dauert, ebensowenig wie es dasselbe ist, ob eine reine Zuckerlösung oder derartig mannigfaltige Gemenge vorliegen, wie Melasse, Osmosewässer oder Entzuckerungslaugen, die neben wechselnden Mengen von Zucker Salze und colloide Substanzen verschiedenster Art enthalten. Auch Frühling und Schulz verfahren in ähnlicher, wenn auch etwas strengerer Weise, lassen jedoch den letzteren Umstand auch unberücksichtigt.

Nun gibt es allerdings Kohle, deren Absorptionsvermögen gering ist, so dass der zu machende Fehler unbedeutend ist; ja, es sei hier eines Falles Erwähnung gethan, dass eine Melasse nach der Behandlung mit Spodium, deren Absorptionsvermögen genau bestimmt wurde, sogar eine um 0,3 Proc. höhere Polarisation zeigte, ein Umstand, der selbstredend auf die Verminderung einer linksdrehenden Substanz zurückzuführen ist. Bei Kohle jedoch, deren Absorptionsvermögen ein kräftiges, wie dies beispielsweise bei durch Salzsäure gereinigter immer der Fall ist, werden die Fehler bei Annahme eines bestimmten Absorptionsfactors bei wechselnden Zuckermengen und verschiedenen Producten beträchtlich schwanken.

Eine dem Handel entstammende, sog. chemisch reine, mit Salzsäure gereinigte Kohle, welche ein auffallend hohes Absorptionsvermögen besass, gab Veranlassung zu folgenden Versuchen.

Vorerst wurde das Absorptionsvermögen für reinen Zucker geprüft. Als solcher diente ein aus Alkohol mehrmals umkrystallisirter Zucker, welcher alkoholfleucht aufbewahrt, jedoch vor jedem Versuche bei 95° getrocknet wurde. Die Knochenkohle wurde zum Theil pulverförmig, zum Theil in Griesform verwendet. Vor dem Gebrauche wurde dieselbe einem auf 130° erhitzten Luftbade entnommen.

Ein kalter entwässerter Auszug zeigte keinerlei Reaction auf äusserst empfindliches Lackmuspapier. Es wurde eine Probe von 8,959 g mit Wasser ausgekocht und filtrirt. Das Filtrat mit Barytlösung und Rosolsäure titrirt, ergab einen Gehalt von 0,065 Proc. Säure auf Salzsäure berechnet. Da zu den Absorptionsversuchen immer 5 g Kohle und 50 cc Lösung verwendet wurden, so würde sich hieraus die Menge der freien Säure auf 3 mg oder etwa 0,006 Proc. berechnen, eine Menge, der eine invertirende Kraft nicht