

mein Zitat abnehmen könnte; um so mehr, als gerade der Regierungschemiker, um den es sich hier handelt, mich vor einigen Monaten besucht und es sich dabei herausgestellt hat, daß er meinen Standpunkt in der betreffenden Frage teilt.

Zürich, 29. März 1903. *G. Junge.*

Bemerkung zu der Entgegnung des Herrn Winteler. Von F. Foerster.

Auf die Entgegnung¹⁾, mit welcher ich kürzlich die von Winteler gegen mich gerichteten

und durch einen sehr berechtigten Vorwurf, den ich ihm machen mußte, veranlaßten Angriffe abwehrte, hat es Winteler für angebracht gehalten, zu antworten²⁾. Aus seiner Antwort aber erhellt klar, daß er gar nicht verstanden hat, was und wie ich ihm entgegnet habe. Es ist daher jede weitere Auseinandersetzung zwecklos, und ich beschränke mich darauf, seine neuerlichen Auslassungen hiermit zurückzuweisen. Ich verzichte damit auch auf Richtigstellung mehrfacher Ungenauigkeiten in seinen Ausführungen einschließlich der dem Tatbestande diametral zuwiderlaufenden Bemerkung in der Fußnote.

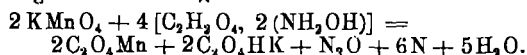
Dresden, 25. März 1903.

Referate.

Analytische Chemie.

M. L. J. Simon. Volumetrische Bestimmung des Hydroxylamins. (Compt. rend. 185, 1939.)

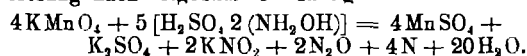
Das oxalsäure Salz des Hydroxylamins läßt sich in neutraler Lösung genau mit Kaliumpermanganat titrieren. Die Umsetzung erfolgt im Sinne folgender Gleichung:



1 Mol. KMnO_4 entspricht also 4 Mol. NH_2OH . Der Endpunkt der Titration ist trotz des ausfallenden oxalsäuren Mangans gut erkennbar. In neutraler Lösung tritt keine Einwirkung auf die vorhandene Oxalsäure ein.

In saurer Lösung wird dagegen die Oxalsäure in bekannter Weise mit oxydiert.

Die Oxydation des Hydroxylaminsulfats mittels Kaliumpermanganat vollzieht sich in neutraler Lösung nach folgender Gleichung:



Bei Gegenwart von Schwefelsäure wird auch das gebildete Kaliumnitrit weiter oxydiert. In ähnlicher Weise verhält sich das salzsaure Hydroxylamin.

Für die Bestimmung des Hydroxylamins in seinen Salzen fügt man zu der neutralen Lösung eine Lösung von oxalsaurem Dinatriumsalz und zwar auf 1 Mol. schwefelsaures Hydroxylamin mindestens 1 Mol. $\text{C}_2\text{O}_4\text{Na}_2$. Bei geeigneter Verdünnung tritt keine Fällung ein und mittels Kaliumpermanganat läßt sich die Titration in gleicher Weise ausführen, als ob nur reines oxalsaures Hydroxylamin vorliegt, d. h. auf 4 Mol. Hydroxylamin wird 1 Mol. KMnO_4 verbraucht.

Will man dagegen die Titration in saurer Lösung ausführen, so muß die zugefügte Menge oxalsaures Natrium genau abgezogen werden. Bei der Titration entspricht dann der KMnO_4 -Verbrauch sowohl dem vorhandenen Hydroxylamin als auch dem zugesetzten oxalsauren Salz.

Das reine oxalsäure Hydroxylamin eignet sich gut für die Titerstellung des Kaliumpermanganats.

-br-

A. Thiel und A. M. Kleser. Zur Bestimmung des Zinks als Sulfid. (Z. anorg. Chem. 34, 198.)

In Lösungen, welche von anderen Metallen frei sind, kann Zink als Sulfid in folgender Weise bestimmt werden: Die Lösung wird in einen Erlenmeyerkolben von 50 ccm gebracht, mit Ammoniak bis zur Lösung des zunächst entstandenen Niederschlags versetzt und Schwefelammonium im Überschuß hinzugegeben. Dann wird das Kölbchen unter Einleiten eines Luftstromes im Wasserbad erhitzt, bis die Lösung verdampft ist, der Rückstand $\frac{1}{2}$ —1 Stunde auf 120° erhitzt und darauf im Schwefelwasserstoffstrom geglüht. Beim Glühen muß allmählich angewärmt werden, wenn das Zink als Chlorid oder Nitrat vorhanden war, beim Sulfat kann man sofort stärker erhitzen. Im letzteren Falle muß schließlich mit einem Teclubrenner erhitzt werden, in den ersteren genügt ein gewöhnlicher Bunsenbrenner. Enthält der Rückstand Ammoniumnitrat, so findet eine kleine Explosion statt, welche die Resultate nicht beeinträchtigt. Das erforderliche Ammoniak und Schwefelammonium muß rückstandslos verdampfen; da beide Körper nicht unwesentliche Mengen aus den Glasflaschen lösen, so empfiehlt es sich, sie in paraffinierten Flaschen aufzubewahren.

Kl.

H. Baubigny. Zur Bestimmung des Mangans. (Compt. rend. 135, 965.)

Der Verf. benutzt folgende Arbeitsweise:

Die Lösung des Mangansalzes wird schwach angesäuert; man fügt eine filtrierte Lösung von Ammoniumpersulfat hinzu und erwärmt auf dem kochenden Wasserbade. Durch die Zersetzung des Persulfats durch Bildung von Bisulfat ist die Flüssigkeit nach der Oxydation stets sauer. Wenn die Entwicklung von ozonischem Sauerstoff sich verlangsamt, hört man mit dem Erhitzen auf. Man kühlt ab durch Eintauchen des Gefäßes in kaltes Wasser, und fügt zur kalten Lösung einige Tropfen Alkohol hinzu, falls sich eine geringe Menge Permanganat gebildet haben sollte.

Die entfärbte Flüssigkeit wird abfiltriert und der Niederschlag als Mn_2O_4 zur Wägung gebracht.

¹⁾ Diese Zeitschr. 1903, 134.

²⁾ Diese Zeitschr. 1903, 253.