

Analysenmaterial	Volhardsche Orig.-Methode		I. Abänderung		II. Abänderung		III. Abänderung		IV. Abänderung	
	% Mn	% Mittel	% Mn	% Mittel	% Mn	% Mittel	% Mn	% Mittel	% Mn	% Mittel
Weißes Roheisen . . . . .	2,48	2,48	2,45	2,46	2,46	2,47	2,48	2,48	2,48	2,48
	2,47		2,46		2,47		2,48		2,47	
Graues Roheisen . . . . .	2,83	2,83	2,82	2,82	2,83	2,83	2,84	2,84	2,84	2,84
	2,83		2,81		2,82		2,83		2,83	
Gießereiroheisen . . . . .	1,14	1,14	1,13	1,14	1,10	1,11	1,11	1,11	1,13	1,12
	1,15		1,14		1,12		1,11		1,10	
Stahl 1 . . . . .	0,40	0,40	0,39	0,39	0,40	0,40	0,37	0,38	0,38	0,39
	0,40		0,38		0,40		0,38		0,39	
Stahl 2 . . . . .	0,88	0,88	0,88	0,88	0,87	0,88	0,88	0,88	0,87	0,88
	0,87		0,88		0,88		0,88		0,89	
Spiegeleisen . . . . .	12,96	12,98	12,88	12,86			12,94	12,93	12,96	12,98
	13,00		12,84				12,92		13,00	
Eisenmangan . . . . .	73,32	73,19	73,73	73,73			73,63	73,68	73,57	73,58
	73,07		73,73				73,73		73,60	

Auf Grund dieser Resultate kann man, was die Richtigkeit der Bestimmung betrifft, keiner der hier geschilderten Abänderungen den Vorzug geben, denn sie alle liefern Werte, die sich als technisch brauchbar erweisen. Nennenswerte Differenzen zeigen sich erst bei hochprozentigen Eisenmanganlegierungen. Dies rührt von Kohlenstoffverbindungen her, die ihrerseits Permanganatlösung verbrauchen und hierdurch den Befund an Mangan etwas erhöhen, während bei Volhardscher Arbeitsweise diese organischen Verbindungen durch längeres Rösten, resp. Glühen gründlicher zerstört werden, als bei der bloßen Oxydation auf nassem Wege. Dieser kleine Fehler läßt sich durch Anbringen einer Korrektur in der Weise beseitigen, daß man von der verbrauchten Anzahl ccm Permanganatlösung ( $\frac{1}{10}$ -n.) 0,2—0,3 ccm abzieht.

Von den vier beschriebenen Abänderungen sind jene vorzuziehen, bei denen Salpetersäure als Lösungsmittel angewendet wird, denn die Lösung findet hier ungemein rasch statt, während diese bei Anwendung von Salzsäure beträchtlich längere Zeit in Anspruch nimmt. Außerdem hat die erste Arbeitsweise mit Kaliumchlorat den Nachteil, daß es schwieriger ist, stets die richtige Menge Chlorat der Lösung zuzusetzen. Fügt man zuviel Kaliumchlorat hinzu, so verzögert sich die Arbeit, weil es nötig wird, die überschüssigen Chlormengen wegzukochen, setzt man hingegen zu wenig Oxydationsmittel zu, so bleibt Ferrooxyd bzw. Ferrochlorid in Lösung und der Versuch ist mißlungen.

Eisenwerk Witkowitz, den 2. September 1907.

### Bemerkungen zu der Arbeit von O. Brunck: „Über die Anwendung des Dimethylglyoxims zur Bestimmung des Nickels und zu seiner Trennung von den Metallen der Schwefel- ammoniumgruppe“.

Von

HERRMANN GROSSMANN und BERNHARD SCHÜCK.

Eingeg. d. 28./10. 1907.

In einer im Heft 43 dieser Zeitschrift erschienenen interessanten Arbeit unterwirft O. Brunck auch unsere Methode der Nickelbestimmung, welche auf der praktischen Unlöslichkeit des Nickeldicyandiamidins in stark ammoniakalischer Alkalihydroxydlösung beruht, einer Kritik, der gegenüber einige richtigstellende Bemerkungen am Platze sein dürften.

O. Brunck zitiert nur unsere Arbeit in der Zeitschrift für angewandte Chemie Heft 38, S. 1642, welche, wie dort auch angegeben, den Stand unserer Arbeiten zur Zeit der Hauptversammlung des Vereins deutscher Chemiker im Mai d. J. wiedergibt. Über die wesentlichen Fortschritte unserer Arbeiten auf diesem Gebiete in der Zeit von der Hauptversammlung bis zur erfolgten Publikation im September haben wir in der zitierten Arbeit in Form einer längeren Nachschrift berichtet, die Brunck anscheinend bei der Korrektur seiner Arbeit übersehen hat<sup>1)</sup>. Wir haben an

<sup>1)</sup> Die Arbeit von Brunck war allerdings schon im August d. J. also ca.  $1\frac{1}{2}$  Monate vor unserer Veröffentlichung bei der Redaktion eingegangen.

dieser Stelle und in der Chemiker-Zeitung<sup>2)</sup> nachdrücklichst darauf hingewiesen, daß die direkte Wägung des Nickels als wasserfreies Nickeldicyanidamin äußerst exakte Resultate liefert, welche denen von Brunck in jeder Beziehung an die Seite gestellt werden können. Wir betonen nochmals, daß unsere Methode sehr wohl für Schiedsanalysen geeignet ist und entgegen der Kritik von Brunck, welche in diesem Umfange nur gegenüber unserer ersten Arbeit in der Chemiker-Zeitung<sup>3)</sup> berechtigt erscheint, „für wissenschaftliche Untersuchungen wie auch als Grundlage für Kauf- und Verkauf größter Posten von Kobalt- und Nickelerzen sowie von anderen Hüttenprodukten dienen kann.“

Es sei uns gestattet, an dieser Stelle nochmals auch auf unser Trennungsverfahren des Nickels vom Eisen in ammoniakalisch-weinsaurer Lösung hinzuweisen, dessen Prinzip wir in der zitierten Nachschrift bereits angegeben haben. Da wir nun in jüngster Zeit auch feststellten, daß die quantitative Trennung des Nickels von Mangan und Chrom nach einer etwas modifizierten Form unserer Methode keine Schwierigkeiten bietet, und da weitere Versuche ergaben, daß die zur quantitativen Ausfällung des Nickels notwendige Zeit sehr wesentlich abgekürzt werden kann, so dürfte unser Verfahren auch für die Analyse von Nickelstahl und ähnlichen Produkten geeignet erscheinen. Über diese Versuche soll später im Zusammenhang berichtet werden.

<sup>2)</sup> Chem.-Ztg. **31**, 911, Nr. 74. 14./9. 1907.

<sup>3)</sup> Chem.-Ztg. **31**, 535, Nr. 42 (1907).

## Eine abgeänderte Destillationsvorlage.

Von Dr. BÄRENFÄNGER, Kiel.

(Eingeg. den 25./9. 1907.)

Die gewöhnlich gebrauchte Vorlage für Ammoniakdestillationen besteht darin, daß an einem

Erlenmeyerkolben unten ein Rohr angesetzt ist, das ein aufwärts gebogenes Rohr mit 1 oder 2 Kugeln trägt (s. Abb. 2.).

Diese Anordnung hat aber den Nachteil, daß man während der Destillation den Kolben drehen muß. Stellt man ihn senkrecht oder etwas nach links geneigt, so ist anfänglich kein Verschluß durch die vorgelegte Säure vorhanden, stellt man ihn aber nach rechts geneigt, so ist zwar die Sicherheit gegen Ammoniakverluste gegeben, aber die Luft in dem Erlenmeyerkolben kann nicht entweichen, und das Destillat füllt bald die Kugeln und läuft über. Man ist also gezwungen, den Kolben immer zu drehen,

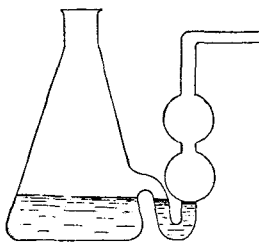


Fig. 1.

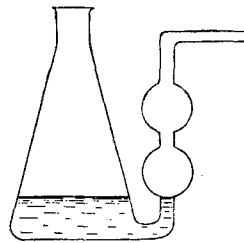


Fig. 2.

so daß er erst die Stellung nach rechts einnimmt und dann entsprechend der Zunahme des Destillats gedreht wird. Setzt man aber das Ansatzrohr syphonartig höher an (s. Fig. 1), so sind alle Übelstände vermieden. Da das Destillat durch den Kühler auf Zimmertemperatur gekühlt wird, so ist die Verdampfungsfähigkeit des Ammoniaks, das in der Säure, die sich zu ihrem größten Teil in dem Erlenmeyerkolben befindet, niedertropft, sehr gering. Die 2–3 ccm Normalsäure in dem Knie des Ansatzrohres genügen vollständig, um alles ev. verdampfende Ammoniak zu binden. Man kann in der Vorlage selbst zurücktitrieren, wenn man durch Neigen derselben die vorher durch entgegengesetztes Neigen in das Knie gebrachte Säure in den Hauptkolben zurückfließen läßt und mit destilliertem Wasser nachspült. Das angesetzte Knie berührt den Boden, so daß ein sicherer Stand vorhanden ist.

Der Apparat ist von der Firma Paul Altmann in Berlin NW 6, Luisenstraße 47, zu beziehen.

## Referate.

### I. 5. Chemie der Nahrungs- und Genußmittel, Wasserversorgung und Hygiene.

**H. Boettcher.** Ein neuer Apparat zur Bestimmung der flüchtigen Säure im Wein. (Z. anal. Chem. **45**, 755–758. 1906. Geisenheim.)

Der in Abbildung vorgeführte, von Ehrhardt & Metzger in Darmstadt beziehbare Apparat ermöglicht durch die langgestreckte, zylindrische Form des Siedegeßes ein vollständigeres Übertreiben der Essigsäure durch den Dampfstrom und dadurch ein schnelleres Arbeiten, als der gewöhnlich angewandte Apparat. Außerdem kommt nur Glas

mit den sauren Dämpfen in Berührung. Zur Verhinderung zu starken Schäumens werden dem Wein einige Tropfen Olivenöl zugesetzt. C. Mai.

**Ferdinand Jean und C. Frabot.** Bemerkung über die Fällung der Farbstoffe der Rotweine und den Nachweis der fremden Farben. (Ann. Chim. anal. **12**, 52. 15./2. 1907.)

50 ccm Wein werden mit 1 ccm 40%iger Formaldehydlösung und 4 ccm reiner Salzsäure einige Minuten im Wasserbade erhitzt, nach dem Entstehen eines Niederschlages ammoniakalisch gemacht, bis zum Verschwinden des freien Ammoniaks weiter erwärmt und nach dem Erkalten filtriert. Bei Naturrotweinen erhält man ein farbloses