

## VII. Nichtigkeit.

„Die fünfjährige Präklusivfrist ist beizubehalten.“

## VIII. Zwangslizenz und Zurücknahme.

„Es empfiehlt sich die allgemeine Durchführung dieser Vorschrift auch in Österreich.“

In formaler Beziehung sind folgende Beschlüsse gefaßt:

Es empfiehlt sich, einheitlich die Fälligkeit der Jahresgebühren auf 1 bzw. 2 Monate nach dem Stichtage festzusetzen und eine Stundung der ersten drei Jahre vorzusehen.“

Bezüglich der Anmeldung und der Förmlichkeiten bei der Einreichung gehen die Vorschläge dahin, alle lästigen Beschränkungen aufzuheben, von Beglaubigungsvorschriften abzugehen, wenn möglich gemeinschaftliche Grundsätze wegen der Abfassung der Patentansprüche aufzustellen (so z. B. einheitlich anzuerkennen, daß nebengeordnete Ansprüche zulässig sein sollen), festzusetzen, daß erst mit der Zahlung der Anmeldegebühr die Rechtswirksamkeit der Anmeldung stattfindet, wegen der Fristen gemeinschaftliche Bestimmungen zu treffen, ebenso wegen der Bekanntmachung, und bei Erhebung von Einsprüchen etwa hier zu bestimmen, daß mit der Erhebung des Einspruchs auch die wesentlichen Gründe anzugeben seien, wegen der mündlichen Verhandlungen im Erteilungsverfahren anzuordnen, daß in allen Stadien des Verfahrens auf Antrag eine mündliche Verhandlung zu bewilligen sei, ferner zu bestimmen, daß im Nichtigkeitsverfahren die Vertretung durch den Patentanwalt zulässig ist, ebenso auch im Berufungsverfahren mindestens neben den Rechtsanwälten; es wurde vorgeschlagen, allgemein von einer Sicherheitsleistung abzusehen, ferner eine einheitliche Klasseneinteilung vorzunehmen.

Was das Warenzeichenwesen angeht, ist vorgeschlagen:

1. den Wortlaut des § 2 des Warenzeichengesetzentwurfs von 1913 allgemein anzunehmen. Der neue Wortlaut verzichtet auf die in sämtlichen Gesetzen zurzeit vorgesehene Sperrfrist von 2 Jahren für gelöschte Zeichen und lautet:  
„Von der Eintragung sind ausgeschlossen:  
1. Freizeichen;  
2. Zeichen, die der Unterscheidungskraft ermangeln;  
3. Zeichen, die ausschließlich in Zahlen, Buchstaben oder solchen Wörtern bestehen, die im Geschäftsverkehre zur Bezeichnung von Art, Zeit oder Ort der Erzeugung oder des Vertriebs der Ware oder zur Bezeichnung von Beschaffenheit, Bestimmung, Preis, Menge, Maß oder Gewicht der Ware dienen können;  
4. Zeichen, die Staatswappen oder sonstige staatliche Hoheitszeichen oder Wappen eines deutschen Ortes oder eines deutschen Gemeinde- oder weiteren Kommunalverbandes enthalten;  
5. Zeichen, die das Rote Kreuz enthalten;  
6. Zeichen, deren Anwendung gegen die öffentliche Ordnung verstoßen oder Ärgernis erregen würde;  
7. Zeichen mit Angaben, die den tatsächlichen Verhältnissen nicht entsprechen und die Gefahr einer Täuschung begründen.  
Die Eintragung ist jedoch zulässig in den Fällen der Nr. 2, 3, wenn das Zeichen im Verkehr als Kennzeichen der Waren des Anmelders gilt, und im Falle der Nr. 4, wenn der Anmelder berechtigt ist, das Wappen oder Hoheitszeichen in dem Warenzeichen zu führen.“
2. „Es empfiehlt sich die Aufhebung der amtlichen Prüfung auf Kollision mit älteren Zeicheneintragen und statt dessen Einführung des Aufgebotverfahrens (deutscher Warenzeichengesetz-Entwurf von 1913).“
3. „Hinsichtlich des Lösungsverfahrens wird von bestimmten Anregungen abgesehen, zumal es sich in erster Linie hierbei um eine Frage der inneren Gesetzgebung handelt.“
4. „Es empfiehlt sich, auf den accessorischen Charakter des Markenrechts zu verzichten, dagegen sind amtliche Zuschriften nur dem jeweiligen Vertreter zuzustellen.“
5. „Dem Vorbenutzer ist gegenüber dem ‚unlauteren‘ späteren Anmelder ein Lösungsanspruch zuzubilligen.“
6. „Es empfiehlt sich, den § 33 und § 34 des deutschen Warenzeichengesetzentwurfs, betreffend den Schutz ohne Eintragung, allgemein einzuführen.“
7. „Es wird empfohlen, bezüglich der Verbandszeichen auf die Bedingung eines vorhandenen Geschäftsbetriebes zu verzichten.“

Seither liegen auch Ergebnisse der Tätigkeit der Herren aus Österreich und Ungarn vor, aus welchen ich kurz das Wichtigste mitteile:

In Ungarn sind folgende Punkte aufgestellt worden:

1. Fragen, welche ausschließlich den Umfang der Kompetenz von Behörden, weiter bloß die Art des Verfahrens betreffen, werden prinzipiell ausgeschaltet.
2. Der deutscherseits geltend gemachte Wunsch, die Ausübung eines Patents im Auslande möge der inländischen Ausübung gleichgestellt werden, wird fallen gelassen und anerkannt, daß eine dem deutschen Entwurf konforme Bestimmung, wonach die bloße Ausübung eines Patentes nicht die Rücknahme desselben, sondern nur die Zwangslizenz zur Folge haben kann, ausreichend sei.
3. Hinsichtlich der Neuheitsschädlichkeit einer öffentlichen Ausübung wird der Wunsch ausgesprochen, daß die mitteleuropäischen Staaten mittels besonderen Bestimmungsvertrags für ein gemeinsames Wirtschaftsgebiet erklärt werden, innerhalb dessen jede öffentliche Ausübung der inländischen Ausübung gleichgestellt wird.
4. Der Wunsch, daß die drei Staaten auch hinsichtlich der Vorbenutzung als ein einheitliches Wirtschaftsgebiet betrachtet werden sollen, wird deutscherseits aufrechterhalten und für eine logische Folge des Punktes 3 erklärt.
5. Die gegenseitige Rechtshilfe soll analog den Gerichten auch im Verkehr der Patentämter (der in Angelegenheiten des gewerblichen Rechtsschutzes amtierenden Behörden) systemisiert werden,  
(Schluß folgt.)

Beiträge zur Gewichtsanalyse VIII<sup>1)</sup>.

Von L. W. WINKLER, Budapest.

(Eingeg. 10./9. 1918.)

## X. Trennung des Calciums vom Magnesium;

Fällt man aus einer Calcium und Magnesium enthaltenden heißen Lösung, zu der Essigsäure und Ammoniumchlorid hinzugefügt wurde, das Calcium in schon beschriebener Weise als Oxalat, so wird Magnesiumoxalat nur in sehr geringer Menge mitgerissen. Andererseits bleiben in der Lösung, wenn man nach dem Fällen durch entsprechend langes Stehenlassen bei Zimmerwärme die möglichst vollständige Abscheidung des Niederschlages abwartet, nur Spuren von Calciumoxalat. Ob aus der erkalteten Lösung Magnesiumoxalat nachträglich zur Ausscheidung gelangt, dies hängt besonders von zwei Umständen ab: von der Stärke der Lösung und von der vom Fällen bis zum Seihen verflossenen Zeit. Man kann für gewöhnlich die Löslichkeitsgrenze des Magnesiumoxalates bedeutend überschreiten, da das Magnesiumoxalat besonders ausgeprägt die Eigenschaft besitzt, ziemlich beständige übersättigte Lösungen zu bilden, deren Beständigkeit beim Verringern des Magnesiumoxalatgehaltes nicht verhältnismäßig, sondern rascher zunimmt. Man muß also die Stärke der Untersuchungs- lösung und die vom Fällen bis zum Seihen verfließende Zeit so wählen, daß das Calciumoxalat sich möglichst vollständig abscheide, ohne daß eine nachträgliche Magnesiumoxalatausscheidung erfolgt. — Einen näheren Einblick gewähren in die in Frage kommenden Verhältnisse die folgenden Untersuchungen.

Bezüglich der Löslichkeit des Magnesiumoxalates in dest. Wasser, in verdünnter Essigsäure, ferner in reiner, oder Essigsäure enthaltender Ammoniumchloridlösung führten die Untersuchungen zu folgenden Zahlen:

| Lösungsmittel<br>von 19° C.                | 100 cem<br>enthalten<br>MgC <sub>2</sub> O <sub>4</sub> · 2H <sub>2</sub> O | 1 g MgC <sub>2</sub> O <sub>4</sub> · 2H <sub>2</sub> O<br>löst sich in |
|--|---|---|
| Destilliertes Wasser . . . . .             | 51 mg   | 1960 cem  |
| 1/10-n. Essigsäure . . . . .               | 79 „  | 1270 „  |
| 3% ige Ammoniumchloridlösung . . . . .     | 112 „   | 890 „   |
| 6% ige Ammoniumchloridlösung . . . . .     | 132 „   | 760 „   |
| 1/10-n. Essigs. m. 3% Ammoniumchl. . . . . | 153 „   | 650 „   |

Das Magnesiumoxalat löst sich also in 1/10-n. Essigsäure, die 3% Ammoniumchlorid enthält, 3 mal so reichlich als in reinem Wasser.

<sup>1)</sup> Vgl. Angew. Chem. 30, I, 251 und 301 [1917]; 31, I, 46, 80, 101, 187 und 211 [1918].

Die Beständigkeit übersättigter Magnesiumsalzungen läßt sich aus folgenden Versuchen beurteilen:

Wurde 0,50 g  $\text{MgSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$  ( $= 0,30 \text{ MgC}_2\text{O}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ ) in 100 ccm Wasser gelöst, zur Lösung 10 ccm n.-Essigsäure und 3,0 g Ammoniumchlorid gegeben, endlich die Flüssigkeit mit 20 ccm „2,5% iger“ Ammoniumoxalatlösung gemengt, so blieb diese etwa doppeltübersättigte Lösung eine ganze Woche lang unverändert; nur am 8. Tage begann die Abscheidung des Magnesiumoxalates. Wurde 1,0 oder 1,5 g  $\text{MgSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$  in 80 oder 60 ccm Wasser gelöst, dann dieselbe Menge Essigsäure und Ammoniumchlorid hinzugefügt, wie beim ersten Versuche und von der Ammoniumoxalatlösung 40 und 60 ccm genommen, so begann die Abscheidung des Magnesiumoxalates in der etwa vierfach übersättigten Lösung nach 7 Stunden, in der sechsfach übersättigten nach 4 Stunden.

Enthält also die Untersuchungslösung in 100 ccm nicht mehr wie 0,05 g Magnesium ( $0,50 \text{ g MgSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O} = 0,05 \text{ Mg}$ ) und nimmt man das Fällen in Gegenwart angegebener Mengen Essigsäure und Ammoniumchlorid vor, so kann man ganz sicher sein, daß nachträglich beim Stehen bei Zimmerwärme während 24 Stunden kein Magnesiumoxalat zur Ausscheidung gelangt. Wie gefunden wurde, ist auch bei reinen Calciumlösungen ein 24stündiges Warten nötig, wenn man eine möglichst vollständige Abscheidung des Calciumoxalates erwünscht, um so mehr trifft dies in Gegenwart von Magnesiumsalzen zu.

Die zu den Versuchen benutzte Calciumchlorid- und Magnesiumsulfatlösung war von derselben Stärke, wie bei den Versuchen mit reinen Lösungen; zu den einzelnen Bestimmungen wurden die folgenden Mengen von den Lösungen genommen:

| $\text{CaCl}_2$ -l. | $\text{MgSO}_4$ -l. | $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ber. | $\text{Mg}(\text{NH}_4)\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ber. |
|---------------------|---------------------|--|--|
| 1. 50 ccm           | 50 ccm              | 374,84 mg  | 503,35 mg  |
| 2. 5 „              | 50 „                | 37,48 „  | 503,35 „   |
| 3. 1 „              | 50 „                | 7,50 „   | 503,35 „   |
| 4. 50 „             | 5 „                 | 374,84 „   | 50,34 „  |

Das Fällen erfolgte aus 100 ccm Flüssigkeit; die Lösungsproben 2, 3 und 4 wurden also auf 100 ccm verdünnt. Nach dem Hinzufügen der nötigen Menge Ammoniumchlorid und Essigsäure wurde zur kochendheißen Lösung die Ammoniumoxalatlösung hinzugefügt; tags darauf gelangte das Seihen und Auswaschen des Niederschlages zur Ausführung. Die magnesiumhaltige Lösung wurde noch mit 3,0 g Ammoniumchlorid versetzt, die Flüssigkeit bis zum Aufkochen erhitzt und in entsprechender Menge Ammoniak und Natriumphosphatlösung hinzugegeben; geseiht wurde nach 24 Stunden.

Das Gewicht des bei  $100^\circ$  getrockneten Calciumoxalates wurde wie folgt gefunden:

| 1.                | 2.       | 3.      | 4.        |
|-------------------|----------|---------|-----------|
| 378,6 mg          | 37,6 mg  | 6,5 mg  | 378,0 mg  |
| 378,6 „           | 37,2 „   | 7,2 „   | 377,2 „   |
| 378,8 „           | 37,3 „   | 7,3 „   | 377,1 „   |
| 378,2 „           | 37,8 „   | 6,4 „   | 376,8 „   |
| 379,3 „           | 37,6 „   | 6,9 „   | 378,5 „   |
| 378,2 „           | 37,7 „   | 6,9 „   | 377,2 „   |
| Mittel: 378,62 mg | 37,53 mg | 6,87 mg | 377,47 mg |

Die gewogenen Mengen Magnesiumammoniumphosphat waren diese:

| 1.                | 2.        | 3.        | 4.       |
|-------------------|-----------|-----------|----------|
| 503,3 mg          | 502,7 mg  | 504,7 mg  | 50,6 mg  |
| 499,7 „           | 502,6 „   | 503,7 „   | 50,3 „   |
| 501,5 „           | 503,6 „   | 503,2 „   | 50,3 „   |
| 502,8 „           | 504,2 „   | 504,1 „   | 50,8 „   |
| 502,5 „           | 502,3 „   | 504,6 „   | 49,4 „   |
| 502,9 „           | 502,7 „   | 505,4 „   | 49,2 „   |
| Mittel: 502,12 mg | 503,02 mg | 504,28 mg | 50,10 mg |

Es wurde auch der Glührückstand der erhaltenen Magnesiumammoniumphosphatproben bestimmt. Bei den kleinen Niederschlagsmengen (4) erfolgte dies auf die Weise, daß drei Niederschlagsproben vereint wurden; bei den größeren Niederschlagsproben (1, 2, 3) wurde jede einzelne Probe in einem kleinen Platintiegel mit dem Teclubrenner einige Minuten geglüht. Auf die Gesamtmenge des Niederschlages bezogen sind die Ergebnisse in den weiter unten folgenden Zahlenreihen enthalten. Die berechnete Menge Magnesiumpyrophosphat beträgt aus 50 ccm Magnesiumsulfatlösung 228,32 und aus 5 ccm 22,83 mg.

| 1.                | 2.        | 3.        | 4.       |
|-------------------|-----------|-----------|----------|
| 229,2 mg          | 228,0 mg  | 228,8 mg  | 23,1 mg  |
| 227,6 „           | 227,8 „   | 228,7 „   | 23,0 „   |
| 228,0 „           | 228,6 „   | 228,0 „   | 23,0 „   |
| 228,3 „           | 228,8 „   | 228,6 „   | 23,0 „   |
| 228,6 „           | 227,7 „   | 228,8 „   | 22,3 „   |
| 228,8 „           | 227,8 „   | 229,1 „   | 22,2 „   |
| Mittel: 228,42 mg | 228,12 mg | 228,67 mg | 22,77 mg |

Auf seine Untersuchungen sich stützend, empfiehlt Verfasser die Bestimmung des Calciums und Magnesiums nebeneinander in folgender Ausführungsform vorzunehmen:

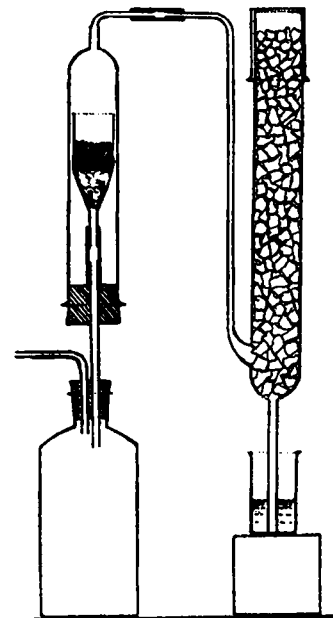
In der 100 ccm betragenden neutralen Lösung, die nicht mehr wie 0,1 g Ca und 0,05 g Mg enthalten darf, wird 3,0 g Ammoniumchlorid gelöst und 10 ccm n.-Essigsäure hinzugefügt. Die Lösung wird bis zum Sieden erhitzt, dann tropfenweise mit 20 ccm „2,5% iger“ Ammoniumoxalatlösung versetzt und noch einige Minuten im Kochen erhalten. Bei sehr kleinen, nur einige Milligramme betragenden Calciummengen gelangt der Niederschlag erst beim Erkalten der Flüssigkeit allmählich zur Abscheidung. Tags darauf sammelt man den Niederschlag auf einem gewogenen Wattebausch im „Kelchtrichter“, wäscht mit 50 ccm kaltem Wasser aus und trocknet bei  $100^\circ$  bis zum unveränderlichen Gewichte, wozu etwa 3 Stunden nötig sind. — Es läßt sich mit diesem Verfahren neben 25 Gt. Magnesium noch 1 Gt. Calcium bestimmen.

Die von Calciumoxalat abgeseihte, mit dem Waschwasser vereinte, etwa 180 ccm betragende Flüssigkeit wird mit 3,0 g Ammoniumchlorid versetzt, bis zum Aufkochen erhitzt, 25 ccm 10% iger Ammoniak hinzugefügt, endlich unter Umschwenken 20 ccm „10% ige“ Natriumphosphatlösung einfließen gelassen. Bei kleinen Magnesiummengen entsteht der Niederschlag nur nach längerem Stehen. Die Flüssigkeit wird auf 24 Stunden an einen kühlen Orte gegeben, dann der grobkristallische Niederschlag auf den Wattebausch gebracht, mit 50 ccm kaltem 1% igen Ammoniak ausgewaschen und in schon beschriebener Weise mit Methylalkohol behandelt, schließlich 24 Stunden lang über  $\text{CaCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$  getrocknet. — Es läßt sich neben 20 Gt. Calcium noch 1 Gt. Magnesium bestimmen.

Um Zeit zu gewinnen, kann das Vorbereiten des „Kelchtrichters“ und das Trocknen des  $\text{Mg}(\text{NH}_4)\text{PO}_4 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$  in folgender Weise vorgenommen werden: Man benetzt den Wattebausch mit 1–2 ccm Methylalkohol und drückt ihn kräftig nieder, saugt den Methylalkohol mit der Wasserstrahlpumpe ab, füllt dann den Trichter etwa zur Hälfte mit gereinigtem Äther<sup>2)</sup>, der auch abgesaugt wird. Zum Trocknen des Wattebausches benutzt man die aus nebenstehender Zeichnung ersichtliche Vorrichtung. Die 3–4 cm weite und etwa 30 cm lange Trockenröhre ist mit Krystallbruchstücken  $\text{CaCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$  gefüllt. Es genügt, 5 Minuten lang einen kräftigen Luftstrom mit der Wasserstrahlpumpe durchzusaugen, um die Watte zu trocknen. Nachdem der Trichter gewogen wurde, wird der Niederschlag in dem Trichter gesammelt, ausgewaschen, in schon früher beschriebener Weise mit Methylalkohol behandelt, dann der Trichter zur Hälfte mit Äther gefüllt, dieser abgesaugt und das Decken mit Äther nochmals wiederholt. Der Niederschlag ist bei Verwendung der angegebenen Vorrichtung in 10 Minuten trocken, wenn man einen kräftigen Luftstrom durchsaugt.

Hat man das Gewicht des Calciumoxalates und des Magnesiumoxalates bestimmt, so werden die Verbesserungen vorge-

<sup>2)</sup> Um käuflichen gewöhnlichen Äther zu reinigen, wird auf 1 l etwa 20 g zerstampftes Kaliumhydroxyd genommen und einige Tage unter öfterem Durchschütteln stehengelassen. Die Reinigung des von dem zerflossenen und gebräunten Kaliumhydroxyd abgossenen Äthers wird durch Überdampfen beendet.



nommen. Bezüglich des Calciumoxalates gelten folgende Zahlen:

| Gewicht des<br>$\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ | Magnesiumammoniumphosphat |        |        |        |        |        |
|--|---------------------------|--------|--------|--------|--------|--------|
|  | 0,50 g                    | 0,40 g | 0,30 g | 0,20 g | 0,10 g | 0,05 g |
|  | mg                        | mg     | mg     | mg     | mg     | mg     |
| 0,40 g   | — 4,0                     | — 3,7  | — 3,4  | — 3,2  | — 3,0  | — 2,8  |
| 0,35 „   | — 3,6                     | — 3,3  | — 3,0  | — 2,8  | — 2,6  | — 2,4  |
| 0,30 „   | — 3,2                     | — 2,9  | — 2,6  | — 2,4  | — 2,2  | — 2,1  |
| 0,25 „   | — 2,7                     | — 2,4  | — 2,2  | — 2,0  | — 1,8  | — 1,7  |
| 0,20 „   | — 2,2                     | — 1,9  | — 1,7  | — 1,5  | — 1,4  | — 1,3  |
| 0,15 „   | — 1,6                     | — 1,4  | — 1,2  | — 1,1  | — 1,0  | — 0,9  |
| 0,10 „   | — 1,0                     | — 0,8  | — 0,6  | — 0,5  | — 0,5  | — 0,5  |
| 0,05 „   | — 0,2                     | — 0,1  | — 0,1  | ± 0,0  | ± 0,0  | ± 0,0  |
| 0,01 „   | + 0,6                     | + 0,6  | + 0,6  | + 0,5  | + 0,5  | + 0,5  |

Das Gewicht des Magnesiumammoniumphosphates wird durch folgende Zahlen verbessert:

| Gewicht des<br>$\text{Mg}(\text{NH}_4)\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ | Calciumoxalat |        |        |        |        |        |
|--|---------------|--------|--------|--------|--------|--------|
|  | 0,40 g        | 0,30 g | 0,20 g | 0,10 g | 0,05 g | 0,01 g |
|  | mg            | mg     | mg     | mg     | mg     | mg     |
| 0,50 g   | + 1,3         | + 1,2  | + 1,1  | + 0,9  | + 0,5  | — 0,9  |
| 0,45 „   | + 1,2         | + 1,1  | + 1,0  | + 0,8  | + 0,4  | — 0,8  |
| 0,40 „   | + 1,1         | + 1,0  | + 0,9  | + 0,7  | + 0,3  | — 0,8  |
| 0,35 „   | + 1,0         | + 0,8  | + 0,7  | + 0,6  | + 0,2  | — 0,7  |
| 0,30 „   | + 0,8         | + 0,7  | + 0,6  | + 0,5  | + 0,2  | — 0,6  |
| 0,25 „   | + 0,7         | + 0,6  | + 0,5  | + 0,4  | + 0,1  | — 0,5  |
| 0,20 „   | + 0,6         | + 0,5  | + 0,3  | + 0,2  | + 0,1  | — 0,5  |
| 0,15 „   | + 0,5         | + 0,4  | + 0,2  | + 0,1  | ± 0,0  | — 0,4  |
| 0,10 „   | + 0,4         | + 0,3  | + 0,1  | ± 0,0  | ± 0,0  | — 0,3  |
| 0,05 „   | + 0,3         | + 0,2  | ± 0,0  | — 0,1  | — 0,1  | — 0,2  |

Zieht man es vor, das Magnesium als Pyrophosphat zu bestimmen, so kommen bei der Benutzung des beschriebenen Verfahrens keine Verbesserungswerte zur Anwendung.

Ist neben viel Calcium Magnesium nur in sehr geringer Menge zugegen, so kann folgendes Verfahren befolgt werden, mit welchem neben 100 Gt. Calcium noch 1 Gt. Magnesium bestimmt werden kann:

Man verdünnt die Untersuchungslösung so weit, daß 100 ccm nicht mehr wie 0,1 g Calcium enthalten. Das Calcium wird dann aus der 100 ccm betragenden Lösung in Gegenwart von entsprechenden Mengen Ammoniumchlorid und Essigsäure in beschriebener Weise gefällt. Am anderen Tage wird die abgeseihte magnesiumhaltige Lösung mit dem Waschwasser (50 ccm) vereint in einer Platinschale auf dem Dampfbade eingetrocknet, um die Essigsäure zu verjagen. Man gibt nun in die Schale 25 ccm dest. Wasser und erwärmt auf dem Dampfbade bis sich das allenfalls abgeschiedene Magnesiumoxalat gelöst hat. Die Flüssigkeit wird durch einen kleinen Wattebausch gesiebt, um die zur Ausscheidung gelangten Calciumoxalatspuren zurückzuhalten. Nach dem Auswaschen mit 25 ccm Wasser, wird das Magnesium aus der etwa 50 ccm betragenden bis zum Sieden erhitzten und mit 5 ccm Ammoniak versetzten Flüssigkeit durch 5 ccm Natriumphosphatlösung gefällt. Am anderen Tage wird der Niederschlag in einem ganz kleinen „Kehltrichter“ auf Watte gesammelt, mit 25 ccm 1% iger Ammoniak ausgewaschen und nach dem Trocknen gewogen.

Bei den Versuchen wurden 50 ccm von der Calciumchloridlösung mit 1,0, 2,5 und 5,0 ccm Magnesiumsulfatlösung versetzt und nach dem Verdünnen auf 100 ccm das Calcium in beschriebener Weise abgeschieden; der Niederschlag wurde nicht gewogen<sup>3)</sup>. Das Gewicht des Calciumoxalates, welches nach dem

<sup>3)</sup> Wird auch das Calcium bestimmt, so benutzt man als Verbesserungswerte die für reine Calciumsalzlösungen gültigen Zahlen.

Lösen des Salzzückstandes in Wasser abgeseiht wurde, betrug rund 1 mg. Die berechneten Mengen  $\text{Mg}(\text{NH}_4)\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  sind 10,07, 25,17 und 50,34 mg, während die Versuche zu folgenden Zahlen führten:

|        |         |         |
|--------|---------|---------|
| 9,8 mg | 24,4 mg | 49,9 mg |
| 9,7 „  | 24,6 „  | 48,9 „  |
| 10,2 „ | 24,7 „  | 50,3 „  |

Der Mittelwert aller Versuche ist um 0,47 mg zu klein. Man wird also bei der Benutzung dieses Verfahrens das Gewicht des getrockneten Niederschlages durch + 0,5 mg verbessern.

Es möge bemerkt werden, daß dieses Verfahren nur dann zur Anwendung gelangen kann, wenn die Magnesiummenge sehr gering ist (in 100 ccm Lösung höchstens 5 mg), da sonst beim Behandeln des Salzzückstandes mit Wasser leicht etwas ungelöstes Magnesiumoxalat zurückbleibt. Es empfiehlt sich also, bei diesem Verfahren zur Sicherheit auch die Menge des beim Eindampfen der magnesiumhaltigen Lösung zur Ausscheidung gelangten Calciumoxalates (1 mg) zu bestimmen.

#### Zusammenfassung.

Es wurden die Versuchsbedingungen ermittelt, unter welchen Calcium und Magnesium nebeneinander möglichst genau bestimmt werden können. Die unvermeidlichen Versuchsfehler werden durch Anbringen entsprechender Verbesserungen ausgeglichen.

### Berichtigung zum Aufsatz von Heuser und Haug: Über die Natur der Cellulose aus Getreidestroh.

(Eingeg. 14./9. 1918.)

Zu dem in der Überschrift genannten Aufsatz bringt Heuser ein Nachwort (Seite 175—176 dieser Zeitschrift), in welchem er hervorhebt, daß die von mir in meiner Abhandlung „Zur Kenntnis der Holzzellstoffe“ (Angew. Chem. **31**, I, 50—56, 57 bis 60 [1918]) gezogenen Schlußfolgerungen erst nach der Veröffentlichung der Dissertation von Haug gezogen seien. Die Übertragung der Ergebnisse Haugs auf Holzzellstoffe sei so naheliegend, daß die Schlüsse von Schwalbe nur als eine Bestätigung der von Haug für Strohzeilstoff gezogenen anzusehen seien.

Wenn tatsächlich diese Schlußfolgerungen so naheliegend gewesen sind, ist es merkwürdig, daß sie in der Dissertation von Haug nicht gezogen wurden, denn über die Furolabspaltung und die Holzgunmiwerte von Sulfit- und Natronzeilstoffen ist in der Literatur, z. B. in meiner „Chemie der Cellulose“, Berlin 1911, S. 571, 573, einiges Material verzeichnet; weiteres war den Dissertationen meiner Schüler, Schulz (Darmstadt 1911) und Christiansen (Darmstadt 1913) zu entnehmen, so daß nichts im Wege stand, bezüglich des Verhaltens der Holzzellstoffe auf die vermutliche Analogie mit Strohzeilstoffen hinzuweisen. Ein solcher Hinweis ist meines Wissens in der Haugschen Dissertation jedoch nicht enthalten.

Der befremdliche Vorwurf der Entlehnung ist aber noch aus einem anderen Grunde völlig ungerechtfertigt. Den Schlußfolgerungen, die Heuser erwähnt, habe ich schon in der Dissertation von Johnson „Zur Charakteristik der Holzzellstoffe“ Ausdruck verleihen lassen. Diese Dissertation ist im Frühjahr 1914 von der Königl. Technischen Hochschule zu Berlin angenommen worden. Das Jahr der Fertigstellung der Johnsonschen Dissertation findet sich auch in einer Fußnote meiner Abhandlung auf S. 51 verzeichnet.

Die Heuser'schen Prioritätsansprüche auf Schlußfolgerungen, die gar nicht einmal gezogen wurden, sondern nur hätten gezogen werden können, sind demnach in jeder Beziehung unhaltbar.

Carl G. Schwalbe.