

Nitritmengen fast quantitativ und frei von störenden Beimengungen zur Analyse zu bringen. Die Brauchbarkeit und außerordentliche Genauigkeit dieses Verfahrens wird auch von Pollak anerkannt.

Zweitens sollte ermittelt werden, wieviel Nitrit bei der erlaubten Pökellung mit Salpeter in das Pökelfleisch gelangt, damit nicht aus jedem Befund von Nitrit in fertigem Pökelfleisch auf eine verbotene Anwendung salpetrigsauren Salze beim Pökeln geschlossen werde. Unsere Versuche wurden teils in großem Maßstabe in der Praxis, teils im Laboratorium ausgeführt. In den beiden praktischen Versuchsreihen wurde trocken, d. h. durch Einreiben mit einem Salzgemisch gepökelt, dessen Salpetergehalt das eine Mal 0,05%, das andere Mal 0,08% des Fleischgewichts betrug, das ist das Doppelte und Dreifache der erfahrungsgemäß erforderlichen Salpetermenge; bei den Laboratoriumsversuchsreihen wurde das eine Mal trocken mit der ausreichenden Menge von nur 0,038%, das andere Mal naß (d. h. durch Einlegen in Salzlake) mit der ungewöhnlich hohen Menge von 0,2% Salpeter gepökelt. Der analytische Befund zeigte, daß die äußeren Schichten der in den praktischen Versuchen 2–3 kg, in den Laboratoriumsversuchen 1 kg schweren Rindfleischstücke nach verschiedener Pökeldauer stets weniger als 15 mg (im höchsten Falle 13 mg) Nitrit (berechnet als  $\text{NaNO}_2$ ) auf 100 g Fleisch enthielten.

Die einzige hiermit unmittelbar vergleichbare Versuchsreihe von Pollak (Tab. Vb) stimmt mit diesen Ergebnissen gut überein; denn es wurden nur 0,24–5,30 mg, in einer einzelnen Analyse (bei 11° Lakentemperatur) 15,90 mg  $\text{NaNO}_2$  in 100 g Fleisch gefunden, obwohl auch hier die ungewöhnlich große Menge von 0,2% Salpeter angewendet wurde.

Wenn Pollak in den übrigen Versuchsreihen (Tabelle I–IV) nach Salpeterpökellung größere Mengen Nitrit im Fleisch gefunden hat, so gehen die Ursachen für diese Abweichungen aus seinen eigenen Angaben hervor. Denn abgesehen davon, daß es sich hier um Schweinefleisch handelte, wurde bei diesen Versuchen nicht in Kühlräumen, sondern bei 12–15°, für Tabelle I sogar in noch wärmerem Raume gepökelt, während bei unseren im Sommer in einer Militärkonservenfabrik angestellten Versuchen die Temperatur des Pökelfraumes nur 0–4° betrug und unsere Laboratoriumsversuche im Winter in einem ungeheizten Raume angestellt wurden. Ferner wurde bei den Versuchen Pollaks für Tabelle I > 0,7% des Fleischgewichts (!) an Salpeter benutzt, und dazu noch das so salpeterreiche Salzgemisch nach Anbohren der Fleischstücke in deren Inneres hineingebracht; bei den Versuchen der Tabelle II und III wurden immer noch 0,2% Salpeter und das gleiche Pökelfverfahren angewandt, schließlich bei Tabelle IV kleine Fleischstücke von nur 200 g Gewicht. Insofern kann also von einem Gegensatz zu unseren Befunden nicht gesprochen werden.

Unter den Verhältnissen der Praxis scheint sich jedenfalls bisher die Grenzzahl von 15 mg  $\text{NaNO}_2$  in 100 g Fleisch (bei deren Überschreitung übrigens nur ein Verdacht auf Verwendung von Natriumnitrit ausgesprochen werden soll) bewährt zu haben, denn Fälle ungerechtfertigter Beanstandung von Pökelfleisch sind uns nicht bekannt geworden<sup>2)</sup>. Damit, daß man andererseits bei Verwendung sehr geringer Nitritmengen Pökelfleisch erhalten kann, das durch seinen niedrigen Nitritgehalt der Beanstandung entgeht, ist von vornherein gerechnet worden.

Drittens sollte das Schicksal des Nitrits beim Pökeln von Fleisch mit Nitrit verfolgt werden. Bei unseren Versuchen, die in mehreren Laboratoriumsversuchsreihen parallel mit den Salpeterversuchen angestellt wurden, zeigten sich stets erhebliche Nitritmengen im Fleisch, die während der Pökeldauer in zwei Versuchsreihen zunahmen, in einer dritten (wenigstens in den äußeren Schichten) abnahmen; Pollak hat neben einzelnen Zunahmen überwiegend Abnahmen beobachtet. Auch hierin kann ein Widerspruch nicht erblickt werden, zumal die allmähliche Zersetzung des Nitrits im Fleisch offenbar von verwickelten Bedingungen beeinflusst wird. Die absoluten Mengen des in das Fleisch gelangenden Nitrits hängen natürlich in erster Linie von der zur Pökellung verwendeten Nitritmenge ab. Sie betrugen im höchsten Falle bei unseren Versuchen:

bei Pökellung mit 0,019% $\text{NaNO}_2$	14,6 mg $\text{NaNO}_2$ in 100 g
„ 0,05 „	24,5 „ „ „ 100 g
„ 0,10 „	45,1 „ „ „ 100 g

bei Pollaks Versuchen:

bei Pökellung mit 0,008% $\text{NaNO}_2$	6,7 mg $\text{NaNO}_2$ in 100 g
„ 0,029 „	21,3 „ „ „ 100 g
„ 0,05 „	27,6 „ „ „ 100 g

also eine befriedigende Übereinstimmung!

Wenn Pollak aus der Gegenüberstellung unserer und seiner eigenen Befunde den Eindruck gewinnt, daß die seinigen „zugunsten“, die unserigen „zuungunsten der Nitritpökellung“ ausgefallen seien (eine solche Bewertung lag gar nicht in unserer Absicht), so wird das völlig erklärt durch die von ihm angewandten hohen Salpeter- und niedrigen Nitritmengen und durch die von ihm gewählten Pökellungsbedingungen, die einer Zersetzung des Salpeters zu Nitrit besonders günstig waren.

Was schließlich die Zweckmäßigkeit der deutschen Verordnungen betrifft, die den Gebrauch salpetrigsauren Salze bei der Pökellung ver-

bieten, so überschreitet diese Frage wohl den Rahmen dieser Zeitschrift. Wir müssen uns daher mit dem Hinweis auf einen wesentlichen Beweggrund für die gesetzlichen Verbote begnügen: Ein Stoff, wie Natriumnitrit, der schon in Bruchteilen eines Grammes gesundheitsschädliche Wirkungen ausüben kann, gehört nicht in die Lebensmittelbetriebe, in die Gastwirtschaften und Küchen hinein. Die gegen- teiligen Berechnungen Pollaks gehen davon aus, daß dieser Stoff nur in weitgehender Verdünnung mit Kochsalz in die Hände der Verbraucher gelangen soll: eine solche Einschränkung wäre aber in der Praxis mit großen Schwierigkeiten verbunden. [A. 96.]

## Metallanalytische Trennungsmethoden mit Hilfe von Verbindungen der Benzolreihe.

### I. Mitteilung.

#### Trennung des Aluminiums von Eisen durch ortho-Phenetidin.

Von Ing. Dr. K. CHALUPNY und Ing. Dr. K. BREISCH.

Mitteilung aus der metallurgischen Versuchsanstalt der Berndorfer Metallwarenfabrik A. Krupp, A.-G., Berndorf (N.-Ö.).

(Eingeg. 3./3. 1922.)

Von unserem Chef, Herrn Dr. R. Krulla auf dieses Gebiet aufmerksam gemacht, der uns auch in liebenswürdigster Weise seine bisher auf diesem weiten Arbeitsfeld gemachten Erfahrungen mitteilte, haben wir es vorerst unternommen, die Einwirkung von ortho-Phenetidin auf Aluminiumsalzlösungen und die analytische Verwendbarkeit dieser Reaktion zu studieren.

Untersucht man das Verhalten verschiedener neutraler Lösungen der wichtigeren Schwermetalle gegenüber alkoholischer ortho-Phenetidinlösung, so kann man feststellen, daß Mangan-, Zink-, Magnesium- und Ferrosalze weder in verdünnten noch konzentrierteren Lösungen Niederschläge oder Färbungen zeigen, dagegen Kupfer- und Nickel- salze in konzentrierteren Lösungen mißfarbene Niederschläge geben. Bei Kobaltsalzen tritt diese Erscheinung in weitergehendem Maße schon in verdünnten Lösungen auf, ohne daß vollständige Fällung eintritt. In verdünnten Ferrisalzlösungen wird allmählich alles Eisen als Ferrihydroxyd gefällt, in konzentrierteren tritt sofortige Oxydation des Phenetidins ein unter Violettfärbung, die immer dunkler wird und schließlichem Auftreten schwarzer Flocken von Kondensations- produkten.

Aluminiumsalzlösungen — gleichgültig, ob als Sulfat oder Chlorid, ergeben mit alkoholischer Phenetidinlösung Niederschläge von braun bis gelblich-weiß, je nach der Reinheit des verwendeten Phenetidins. Das von uns verwendete käufliche Phenetidin, eine braune Flüssigkeit, die sich mit rotbrauner Farbe in Äthylalkohol löst, lieferte mit Aluminiumsalzen einen ziemlich dunkelbraunen Niederschlag. Die Fällung des Aluminiums ist vollständig, was sich durch folgende Prüfung ergab: Das Filtrat wurde zur Entfernung des Phenetidins mit Äther ausgeschüttelt, mit reiner, aluminiumfreier Natronlauge versetzt und nach Zugabe von Ammonchlorid erwärmt. Es zeigte sich keine Spur von Aluminiumhydroxyd. Aus dem oben Gesagten ergibt sich die Möglichkeit, Aluminium von Eisen zu trennen, sobald das Eisen in der Ferrostufe vorliegt, und keines der oben genannten störenden Metalle zugegen ist.

Wir untersuchten nun das Verhalten von Aluminiumsalzlösungen gegen Phenetidin vom analytischen Standpunkt aus etwas eingehender. Der Niederschlag bildet sich nur in einer neutralen Aluminiumsalz- lösung, dann aber nach Zugabe des Phenetidins sowohl in kalter als auch in erwärmter Lösung sehr rasch in ziemlich voluminöser flockiger Form. Am Beginn des Filtrierens zeigt er häufig Neigung, durchs Filter zu laufen, was durch mehrmaliges Aufgießen des Filtrats, am besten durch Zugabe einer kleinen Menge Filterbrei behoben werden kann; außerdem nimmt die Filtration längere Zeit in Anspruch, ungefähr so wie bei Aluminiumhydroxyd, gefällt mit Ammoniak. Wir fanden es am zweckmäßigsten, eine alkoholische Phenetidinlösung ungefähr im Verhältnis 1:20 zu verwenden (hergestellt durch Auflösen von 5 g Phenetidin in 100 ccm Alkohol); auch der billigere Methylalkohol kann mit demselben Erfolg verwendet werden. Gießt man nun die entsprechende Menge Phenetidinlösung in die Probelösung, so daß nun eine sehr verdünnte alkoholische Flüssigkeit vorliegt, so erscheinen schon kurz nach der Zugabe an der Oberfläche dunkle Tröpfchen von wieder ausgeschiedenem Phenetidin. Auf derselben Ursache beruht auch das Eintreten einer nachträglichen Trübung der anfangs ganz klaren Filtrate; hier scheidet sich das Phenetidin in Form kleinster, schwebender, lichtgelber Tröpfchen ab, was leicht zu der irrthümlichen Meinung führen kann, daß ein nachträgliches Ausfallen von Aluminium stattgefunden hat. Vorzuziehen ist es, die Fällung in erwärmter Lösung vorzunehmen (wobei man zu dieser etwas Alkohol zusetzt, um zu rasche Ausscheidung des Phenetidins zu verhindern), da dann das Filtrieren rascher vonstatten geht, ohne daß eine verstärkte Löslichkeit in der heißen, alkoholischen Lösung bemerkbar ist. Das Waschen des Niederschlags kann mit heißem Wasser, am besten etwas ammonnitratthaltigem erfolgen. Der auf dem Filter zurückbleibende Niederschlag färbt sich infolge der regen Oxydation des zurückbleibenden Phenetidinüberschusses dunkelbraun und liefert beim Veraschen des Filters Aluminiumoxyd.

<sup>2)</sup> Unter anderm wurden in einer Auslandsfleischbeschau stelle innerhalb eines Jahres unter 111 untersuchten Proben von Pökelfleisch nur 6 befunden, deren Nitritgehalt die Grenze von 15 mg um wenige Milligramm überstieg.

Als Standardlösung verwendeten wir eine Auflösung von Aluminiumsulfat, welche in 20 ccm 0,0477 g Aluminiumoxyd enthält; die Ermittlung des Gehaltes an Aluminiumoxyd erfolgte durch Fällung als Aluminiumhydroxyd in der Platinschale. Die Versuche mit Phenetidin wurden, wie oben bereits dargelegt, vorgenommen. Zur Fällung wurden auf 20 ccm Aluminiumsulfatlösung 14 ccm der angegebenen Phenetidinlösung, enthaltend ungefähr 0,7 g Phenetidin, was einen zehnfachen Phenetidinüberschuß in bezug auf Aluminiumoxyd darstellt, verwendet; die Auswage erfolgte als Aluminiumoxyd; da häufig die Filterkohle nicht sehr leicht verbrennt, ist es ratsam, den veraschten Niederschlag mit Salpetersäure vorsichtig abzurauchen und nochmals zu glühen.

Von den Ergebnissen führen wir nachstehend an:

Verwendete Aluminiummengen:	Auswage an $\text{Al}_2\text{O}_3$ :
20 ccm	0,0476 g
20 "	0,0477 g
20 "	1,0481 g
20 "	0,0478 g

Für die Zusammensetzung des entstehenden Körpers kamen zwei Möglichkeiten in Betracht. Es kann entweder eine molekulare Verbindung, Aluminiumoxyd oder Aluminiumhydroxyd mit Phenetidin sein, oder nur Aluminiumhydroxyd ausgefällt durch die basische Eigenschaft des Phenetidins und durch dieses angefüllt. Um zwischen diesen Möglichkeiten zu entscheiden, stellten wir uns eine größere Menge des Niederschlags mit gereinigtem Phenetidin<sup>1)</sup> unter denselben Bedingungen mehrmals präparativ her. Wir bestimmten in den auf diesem Wege erhaltenen Körpern vornehmlich den Aluminium- und Stickstoffgehalt. Sie wurden jedesmal drei Tage über Schwefelsäure im Vakuumexsikkator getrocknet, in der Achatschale feinst gerieben und nochmals zwei Tage getrocknet. Die Aluminiumbestimmung darin wurde durch bloßes Veraschen und Glühen des immer reinweißen Rückstandes vorgenommen, dessen Prüfung reines Aluminiumoxyd ergab. Der Stickstoffgehalt wurde nach Kjeldahl ermittelt. Um die Zahlen, welche sich bei unseren Analysen ergaben, richtig überblicken zu können, seien die Aluminium- bzw. Stickstoffgehalte von folgenden angenommenen Molekularverbindungen angeführt:

$(2\text{Al}_2\text{O}_3) \cdot \text{C}_8\text{H}_{11}\text{ON}$	Ber. Al 31,73%, N 4,10%
$(2\text{Al}_2\text{O}_3) \cdot \text{C}_8\text{H}_{11}\text{ON} \cdot \text{Al}(\text{OH})_3$	Al 32,39%, N 3,33%
$\text{Al}(\text{OH})_3$	Al 34,70%
$\text{Al}_2\text{O}_3$	Al 53,03%

Die Aluminium- und Stickstoffbestimmungen, wie oben erwähnt durchgeführt, ergaben bei den drei der gleichartig hergestellten Körpern:

	Al:	N:
I.	31,26%	3,55%
II.	30,84%	2,64%
III.	32,01%	2,98%

Nun versuchten wir auch, den Körper auf direktem Wege durch Einwirkung von Phenetidin, teils in alkoholischer Lösung, teils ohne Zugabe von Lösungsmitteln, auf möglichst fein verteiltes gewaschenes Aluminiumhydroxyd herzustellen. Wir arbeiteten bei verschiedenen Einwirkungstemperaturen, von Wasserbadtemperatur bis zur Ölbadtemperatur, wobei wir im Druckrohr erhitzen. Die so entstehenden Körper wurden in der Weise behandelt, wie zuvor erwähnt, zeigten jedoch bei der Analyse sehr verschiedenen Gehalt an Aluminium und Stickstoff; manche von ihnen waren schon äußerlich an der ungleichen Färbung als inhomogen erkennbar. Der Aluminiumgehalt war stets höher als bei den oben beschriebenen Untersuchungen. Aus den so gefundenen Ergebnissen den Schluß ziehen zu wollen, daß eine Molekularverbindung vorliegt, was nach Vergleich der gefundenen Zahlen mit den errechneten nicht ganz von der Hand zu weisen ist, wäre jedoch insbesondere im Hinblick auf die nicht gelungene zweite Art der Herstellung nach unserer Meinung etwas gewagt, da ebensogut ein durch Adsorption angefülltes Aluminiumhydroxyd vorliegen kann. Weitere Wege zur Klärung dieser Frage würden sich natürlich ergeben, doch erschien uns im Hinblick auf den analytischen Zweck der Arbeit das erreichte Ergebnis vorläufig als genügend.

Die von uns studierte Aluminiumfällung mit Phenetidin läßt sich zur Trennung von Eisen dann verwenden, wenn dieses in der Ferrostufe vorliegt. Vor Ausführung der Trennung ist daher in allen Fällen eine Reduktion vorzunehmen, für welche, da die Ausfällung des Aluminiums in neutraler Lösung erfolgen muß, die gebräuchlichsten Reduktionsmittel nicht Verwendung finden können. Zweckmäßig kann diese mit Schwefelwasserstoff vorgenommen werden, wobei auch ein nachfolgendes Filtrieren (wie z. B. bei Verwendung von Zink) wegfällt. Nach erfolgter Reduktion muß der Schwefelwasserstoff durch Kohlensäure verdrängt werden, da sonst bei Zugabe der Phenetidinbase Eisensulfid ausfällt. Wir konnten auch bei größerem Eisenüberschuß bei wiederholter Überprüfung immer nur feststellen, daß das Aluminium vollkommen eisenfrei gefällt wird, trotz der dem Eisen durch das langsame Filtrieren reichlich gebotenen Gelegenheit, sich nachträglich wieder zu oxydieren. Es dürfte hier eine Schutzwirkung des in der Flüssigkeit vorhandenen Phenetidinüberschusses vorliegen, an den das wiederoxydierte Eisen seinen Sauerstoff sofort überträgt.

Zur Durchführung der Trennung gingen wir folgendermaßen vor: Die nicht stark salzsaure Aluminium-Eisenlösung befand sich in einem Erlenmeyerkolben, der mit einem zweifach durchbohrten Gummistopfen versehen war, durch dessen eine Öffnung ein Gaseinleitungsrohr bis unter den Flüssigkeitsspiegel reichte; die zweite Bohrung war offen. In den Kolben wurde etwa zehn Minuten Schwefelwasserstoff eingeleitet, dann Kohlenoxyd, bis der Geruch nach Schwefelwasserstoff vollständig verschwunden war. Die Lösung wurde dann bis zum Verbleiben eines geringen Niederschlags mit Ammoncarbonat versetzt, und dieser durch vorsichtige Zugabe von verdünnter Salzsäure eben wieder in Lösung gebracht. Zu der so neutralisierten Flüssigkeit wurde dann eine in bezug auf Aluminiumoxyd mindestens 10fache Menge alkoholischer Phenetidinlösung 1:20 zugefügt, der Stopfen wieder aufgesetzt, und die Flüssigkeit auf etwa 80 Grad erwärmt. Nach kurzem Absitzen wurde durch ein mit etwas Filterbrei versehenes Filter filtriert und wie oben erwähnt weiter verarbeitet. Der Niederschlag läßt sich mit heißem ammonnitratthaltigen Wasser sehr leicht eisenfrei waschen. Auf diesem Weg ausgeführte Trennungen ergaben nachstehende Werte:

Angewandte Al-Menge in g $\text{Al}_2\text{O}_3$	Zugesetzte Fe-Menge:	Auswage in g $\text{Al}_2\text{O}_3$
0,0477 g	0,050 g	0,0479 g
0,0477 g	0,050 g	0,0478 g
0,0477 g	0,050 g	0,0477 g
0,0477 g	0,500 g	0,0472 g
0,0477 g	0,500 g	0,0479 g
0,0477 g	0,500 g	0,0476 g

Will man die Bestimmung des Aluminiums in einer Legierung, die neben Eisen noch z. B.: Kupfer, Nickel, Mangan, Zink enthält, durchführen, so entfernt man das Kupfer schnellelektrolytisch aus der Auflösung der Einwage in Salpetersäure, fällt aus der entkupferten Flüssigkeit Eisen und Aluminium als basische Acetate, löst diese mit verdünnter heißer Salzsäure direkt vom Filter in den oben beschriebenen Fällungskolben und verfährt dann wie dort geschildert. Dieser Weg ist zur Absonderung des Eisens und Aluminiums von den übrigen Bestandteilen der Legierung, insbesondere von Kupfer, der weitaus empfehlenswertere, da, wie wir durch eine größere Anzahl von Versuchen festgestellt haben, es nicht gelingt, auch durch mehrmalige Wiederholung der Acetatfällung diesen Niederschlag frei von Kupfer zu erhalten, und da andererseits die Abscheidung von Eisen und Aluminium mit Ammoniak und Chlorammonium durch den bei Gegenwart von Kupfer, Nickel und Zink nötigen Ammoniaküberschuß nie das ganze Aluminium enthält, sondern nach unseren Erfahrungen gewöhnlich nicht weniger als ein Drittel desselben in Lösung bleibt. [A. 66.]

## Beiträge zur Gewichtsanalyse XX<sup>1)</sup>.

Von L. W. WINKLER, Budapest.

(Eingeg. 21./3. 1922.)

### XXV. Bestimmung des Mangans.

Wird eine heiße, ammoniumchloridhaltige, etwa 0,2% starke Mangansalzlösung in reichlichem Überschuß mit Diammoniumhydrophosphatlösung versetzt, so scheidet sich amorphes Manganammoniumphosphat aus. In etwa 5' beginnt der Niederschlag kristallisch zu werden und verwandelt sich, wenn man ihn einige Male aufrührt, in etwa 10' zu feinen, seidenglänzenden Kristallen von der Zusammensetzung  $\text{Mn}(\text{NH}_4)\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ . Ist die Mangansalzlösung sehr verdünnt, so wird sie von der Phosphatlösung nur opalisierend getrübt; in einigen Minuten klärt sich jedoch die Flüssigkeit, indem der seidenglänzende Niederschlag zur Ausscheidung gelangt. Der Niederschlag erscheint rein weiß; erst bei dem Sammeln im Kelchtrichter auf dem Wattebausch bemerkt man, daß die Kristalle eigentlich blaßrosenrot gefärbt sind. Der Niederschlag kann ohne Kristallwasserverlust bei 100° getrocknet werden. — Die Bestimmung des Mangans als  $\text{Mn}(\text{NH}_4)\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  wird genau so wie die Bestimmung des Cadmiums als  $\text{Cd}(\text{NH}_4)\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  (Abschn. XXIV) vorgenommen.

Die 100 ccm betragende, 0,10–0,01 g Mn<sup>++</sup> enthaltende, gegen Methylkress eben saure Lösung wird mit 2,0 g Ammoniumchlorid versetzt in einem Becherglase von 200 ccm bis zu dem Aufkochen erhitzt; man läßt dann unter Umschwenken aus einer Hahnbürette in dünnem Strahle 10 ccm „20%ige“ Diammoniumhydrophosphatlösung hinzuströmen. Während der ersten Stunde wird durch Schwenken des Becherglases der Niederschlag einige Male aufgeführt. Die schwach nach Ammoniak riechende Flüssigkeit bleibt dann in bedecktem Becherglase über Nacht stehen, wobei der anfänglich aus Kristallnadeln bestehende Niederschlag sich in schuppenförmige Kristalle verwandelt. Zum Waschen werden 50 ccm, mit Manganammoniumphosphat gesättigtes kaltes Wasser, zum Decken wird Methylalkohol genommen. Um das Abseihen und das Auswaschen des Niederschlags zu beschleunigen, benutzt man die Wasserstrahlpumpe. Der auf dem Wattebausch im Kelchtrichter befindliche Niederschlag wird zwei Stunden bei 100° getrocknet.

Bei den Versuchen wurde eine Manganochloridlösung benutzt. Von reinstem, käuflichem kristallischem Manganochlorid wurden

<sup>1)</sup> Auflösen des käuflichen Phenetidins in absolut trockenem Äther, Ausfällen des Chlorhydrats mit Salzsäuregas, Zerlegung desselben mit reiner Natronlauge.

<sup>1)</sup> Vgl. Angew. Chem. 30, 31, 32, 33 und 34, Aufsatzteil.