

titriert. (Acetylsäurezahl, d. h. die zur Absättigung der freien acetylierten Säuren erforderliche Anzahl Milligramm Kaliumhydroxyd.) Dann wird mit etwa 25 ccm ungefähr $\frac{1}{2}$ -n-alkoholischer Kalilauge eine halbe Stunde auf siedendem Wasserbad verseift, der Alkohol vertrieben, der Rückstand unter Zuhilfenahme von Wasser quantitativ in einen langhalsigen Kolben (Kjeldahl-

Kolben) übergeführt und die Fettsäure mit überschüssiger verdünnter Schwefelsäure in Freiheit gesetzt.

Nach Aufsetzen einer Kjeldahl-Kugel wird die abgeschiedene Essigsäure mit Wasserdampf in einen mit neutralisiertem Alkohol gewaschenen Erlenmeyer-Kolben (1 l) überdestilliert und im Destillat (600/700 ccm) mit $\frac{1}{10}$ n-Kalilauge titriert (Phenolphthalein).“ [A. 82.]

Sicherste colorimetrische Messung kleinster Mengen in Öl gelösten Phosphors.

Von C. STICH, Leipzig.

(Eingeg. 20. Juni 1927.)

Schnell, sicher, empfindlich, das sind die Anforderungen, die an eine praktisch brauchbare Analysenvorschrift gestellt werden müssen. Die nachstehend beschriebene Methode zum Nachweis und zur Bestimmung kleinster Mengen von elementarem Phosphor in öligen Lösungen entspricht diesen Anforderungen: Eine schnell ausführbare Reaktion, die kleinste Mengen mit Sicherheit erkennen und colorimetrisch bestimmen läßt. Eine große Zahl von Analysen, die in unserem Laboratorium ausgeführt wurden, bestätigen die Zuverlässigkeit.

Als Reagens dient eine gesättigte Lösung von Silbernitrat in Aceton, als Lösungsmittel ein Gemisch von Alkohol, Äther und Aceton im Verhältnis 40 Äther : 20 Alkohol abs. : 5 Aceton (ccm). Die Silbernitrat-Aceton-Lösung erzeugt in dem zu untersuchenden Öle, das bei Ausführung der Bestimmung mit der zehnfachen Menge Lösungsmittel zu verdünnen ist, allmählich eine braune Färbung, sofern der Phosphorgehalt des Öles nicht zu groß ist.

Die Vergleichslösung stellt man sich auf folgende Weise dar: ca. 0,05 g farbloser Phosphor werden genau gewogen und in Mandelöl oder anderem fetten Öl zu einer 0,1%igen Lösung gelöst. Zweckmäßig erwärmt man im Wasserbad (Dahlener Dampftopf), bis der Phosphor geschmolzen ist, und schüttelt bis zum Erkalten. Das Mandelöl ist vorher mit einem Antikatalysator zu versetzen (2% Äther, 1% Terpen usw.). Von der auf diese Weise erhaltenen Lösung werden 10 g wieder mit 90 g fettem Öl versetzt und kräftig durchgeschüttelt. 1 g dieser so erhaltenen Lösung entspricht nach der Herstellung 0,1 mg elementarem Phosphor.

Angewandt wurden bei unseren Versuchen:

						Standard-Lösung
0,1	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0 g	entsprechend
0,01	0,02	0,04	0,06	0,08	0,1 mg	P.

Nach Auffüllen mit dem Lösungsmittel auf 10 ccm wurde jede Probe mit je 10 Tropfen Silbernitrat in Acetonlösung versetzt. Je nach der Menge des Phosphors stellte sich mehr oder weniger rasch eine Braunfärbung ein. Nach zirka 10 Minuten war die Färbung konstant geworden. Der Unterschied in der Farbintensität zwischen den einzelnen Proben fällt sofort in die Augen. Für die Projektion ist die Verwendung von kleinen, vollständig gefüllten und mit Glasstopfen verschlossenen Cuvetten zu empfehlen, die mit steigendem P-Gehalt nebeneinander aufzustellen sind.

Kontrollanalysen bestätigten nach jeder Richtung das Ausgeführte. Für colorimetrische Bestimmungen ist natürlich darauf zu achten, daß möglichst gleiche Gefäße für die Bestimmungen benutzt werden. Schon die Durchsicht von der Seite her läßt recht genaue Angaben über Phosphorgehalt machen; wird die Verdünnung zu groß, so prüft man die Farbintensität bei Durchsicht von oben.

Die Lösungen sind in Reagensgläsern, mit Gummi-stopfen verschlossen, lange Zeit stabil. Geringe Spuren Wasser scheinen die Ausflockung sehr zu begünstigen; bei Bereitung aller Lösungen ist deshalb auf peinlichste Trockenheit zu achten. Ein Zusatz von $\frac{1}{2}$ bis 1 ccm Schwefelkohlenstoff wirkt bei manchen Ölen verzögernd auf die Ausflockung, doch kann hierüber nichts allgemein Gültiges gesagt werden. [A. 83.]

Berichtigung.

Vorsicht bei der Herstellung von Bleibromat.

Ztschr. angew. Chem. 40, 841 [1927].

Die Angabe, daß die Arbeit von Günzel und Marcus: „Über bromsaures Blei und das Diacetatodiplumbo-bromat“ (Ztschr. angew. Chem. 38, 929 f. [1925]), im Register des Chemischen Zentralblattes nur unter „Diacetatodiplumbo-bromat“ aufgeführt ist, entspricht nicht den Tatsachen. Ich

hatte diese Bemerkung der Mitteilung einer amtlichen autoritativen Stelle entnommen, die ihre Angabe erst berichtigte, als meine Notiz bereits im Druck war. Wie ich mich inzwischen selbst überzeugt habe, ist die Arbeit von G. u. M. unter „Bleibromat“ und unter „Bromsäure Pb-Salz“ registriert. Es entfallen dadurch selbstverständlich die an die vermeintlich unvollständige Registrierung geknüpften Schlußfolgerungen.

Victor.

Patentberichte über chemisch-technische Apparate.

I. Wärme- und Kraftwirtschaft.

1. Kohle, Torf, Holz.

Philippe Wolf, Nogent-sur-Marne, Seine (Frankr.). **Setzmaschine für Kohlen.** Von anderen bekannten Setzmaschinen, bei welchen die Regelung des Austrags selbsttätig erfolgt, unterscheidet sich der Erfindungsgegenstand dadurch, daß die Antriebs- und Regelvorrichtungen nicht in das Wasser und das abzuführende Gut eintauchen, so daß solche mechanischen Einrichtungen, welche leicht beschädigt werden können, vermieden werden. Alle mechanischen Teile befinden sich in der Luft unter den besten Arbeitsbedingungen und ohne Gefahr einer Beschädigung. Die Austragung des leichtesten und des schwersten Gutes an der Austragabteilung für die schwersten

Produkte erfolgt gleichzeitig. Anspr. und Zeichn. (D. R. P. 446 992, Kl. 1 a, Gr. 3, vom 4. 11. 1922, ausg. 16. 7. 1927.) *on.*

Bamag-Meguinn A.-G., Berlin, und Karl Bonner, Butzbach (Hessen). **Stromsetzanlage für Kohlen,** bestehend in einer einen Schwemmstrom mit dem Waschgut führenden Schwemmrinne zur schichtenweisen Übereinanderordnung des Gutes nach der Gleichfälligkeit mit in den Boden der Rinne eingeschalteten Kammern mit aufsteigendem Flüssigkeitsstrom, in die die Bestandteile der jeweils zu unterst liegenden schwersten Schicht über in den Kammern angeordnete Siebe hinweggehend entgegen der Wirkung des aufsteigenden Stromes ausfallen, dad. gek., daß sich an das Ablaufende des oder der Siebe ein um die dem Siebe zu liegende Kante schwenkbar