

der Probe $= \frac{a}{b} \cdot 100$. Auf diese Weise läßt sich das Färbevermögen schnell und genau bestimmen.

Alle im vorstehenden beschriebenen Untersuchungsmethoden zur Bestimmung der optischen Eigenschaften von Weißpigmenten sind der Praxis insofern weitgehend angepaßt, als die Konsistenz der zur Untersuchung gelangenden Pigment-Ölanreibungen der Praxis entspricht. Übertriebene Verdünnungen, durch welche die Verhältnisse in unkontrollierbarer Weise verändert werden können, sind vermieden. Das ist bei der Ausarbeitung exakter Prüfungsmethoden besonders wichtig, da bekannt-

lich die optischen Eigenschaften verschiedener Weißpigmente, besonders deren Deck- und Färbevermögen, von den Mengenverhältnissen, in welchem sie mit einem Bindemittel angerieben werden, verschieden stark beeinflußt werden. Ein näheres Eingehen auf die hierbei zu beobachtenden Erscheinungen fällt jedoch außerhalb des Rahmens dieser Arbeit.

Die meisten der im Vorangehenden beschriebenen Methoden sind im wissenschaftlichen Laboratorium des Vereins für chemische und metallurgische Produktion, Aussig a. d. E., unter Leitung von Dr. Kubelka ausgearbeitet worden.

[A. 108.]

Analytisch-technische Untersuchungen

Die Bestimmung von Strychnin in Strychningetreide.

Von Dr. J. KRAUSS,

Württ. Landesanstalt für Pflanzenschutz in Hohenheim.

(Eingeg. 5. September 1931.)

Die Bestimmung von Strychnin in Strychningetreide ist eine häufig wiederkehrende Aufgabe für den im Pflanzenschutzdienst tätigen Chemiker.

Bei der Umschau nach einer geeigneten Methode findet man in König¹⁾ eine gewichtsanalytische Bestimmungsmethode empfohlen, welche sich auf eingehende Versuche der Versuchsanstalt Augustenberg stützt.

Diese Methode hat zwar den Vorzug, daß sie die Bestimmung des Strychnins auf gewichtsanalytischem Wege vornimmt, sie ist aber sehr umständlich und arbeitet mit einer zu geringen Einwaage (entspr. 25 mg Strychninnitrat = 45 mg $WO_3 \cdot SiO_3$, bei einem Gehalt des untersuchten Weizens von 0,5% Strychninnitrat). Daß alle Methoden, welche in Anlehnung an die Bestimmung der Strychnosalkaloide in Drogen und Tinkturen, wie sie nach dem Deutschen Arzneibuch gehandhabt werden, und bei welchen das Strychnin titriert wird, wenig befriedigen, liegt u. a. an dem störenden Einfluß des zum Färben des Giftgetreides verwendeten Fuchsins. Die von einem Autor zwecks Beseitigung dieses Farbstoffes empfohlene Verwendung kleiner Mengen Tierkohle ist abwegig, da sich gerade Alkaloide genau wie Farbstoffe durch eine hohe Adsorbierbarkeit auszeichnen. Aber auch wenn man von dem störenden Einfluß des Fuchsins absieht, so bedingt der unvermeidliche Titrierfehler selbst bei einer Arbeitsweise, bei welcher die Strychninmenge aus 20 g Giftweizen zur Titration kommt, einen merklichen Einfluß auf das Resultat. Für genaue Bestimmungen ist daher die gewichtsanalytische Bestimmung unbedingt vorzuziehen. Es lag daher der Wunsch nahe, einmal die angeführte gewichtsanalytische Methode zu vereinfachen, und gleichzeitig durch Anwendung einer größeren Einwaage den Einfluß unvermeidlicher Fehlerquellen auf das Endresultat zu verringern.

Der Umrechnungsfaktor des von der Kieselwolframsäurefüllung verbleibenden Glührückstandes $WO_3 \cdot SiO_3$ auf Strychnin bzw. Strychninnitrat findet man bei obengenannter Methode angegeben zu 0,4697 bzw. 0,5583, während im Handbuch der biologischen Arbeitsmethoden von Abderhalde²⁾ bei der Bestimmung des Strychnins in Strychninpulver für dieselbe Umrechnung der Faktor 0,498 (bzw. 0,592) genannt wird. Die Fällungen werden, dies ist zu beachten, in Medien von

¹⁾ Untersuchung landwirtschaftlich und gewerblich wichtiger Stoffe, Bd. 2, 5. Auflage, Berlin 1923.

²⁾ Abt. I, Chemische Methoden, Teil 9, Alkaloide, S. 311.

verschiedenem Säuregrad vorgenommen; zur Ermittlung des Umrechnungsfaktors für den vorliegenden Zweck wurde wie folgt vorgegangen: 3,000 g Strychnin. nitric. cryst. Ph.G.V (G. F. Böhringer & Söhne, Mannheim), welches sich bei der Prüfung mit Ferrocyan-Kaliumlösung als frei von Brucin erwies, wurden zu 200 cm³ gelöst, und je 10,0 cm³, entsprechend 150 mg Strychninnitrat mit der Bürette abgemessen. Als Gesamtvolumen, in welchem das Strychnin auszufällen ist, wurden 100 cm³ gewählt, bei einem Gehalt von 30 cm³ 3%iger Salpetersäure und 10 cm³ 5%iger Silicowolframsäure. Das Mittel aus vier Bestimmungen ergab 0,2905 g $WO_3 \cdot SiO_3$. Hieraus errechnet sich der Umrechnungsfaktor auf Strychninnitrat zu 0,516 (log. 71 294).

Es wurde nun ein Strychninweizen (im kleinen Maßstabe und unter Einhaltung der Regeln quantitativen chemischen Arbeitens) mit genau 0,5% Strychninnitrat hergestellt. Da der Weizen aber durch den Dämpfprozeß Wasser verlor, welches er auch bei längerem Lagern an der Luft nicht wieder völlig aufnahm, so ist entsprechend den Wasserbestimmungen im Ausgangsweizen (= 10,3%) und in fertigem Strychninweizen (= 5,7%) der Strychnin gehalt des fertigen Weizens zu berechnen: man findet 0,525% Strychninnitrat. In dem gemahlenen Weizen wurden nun nach unten angegebener Methode folgende drei Bestimmungen ausgeführt:

Angewandte Menge entsprechend	gewogen $WO_3 \cdot SiO_3$	Strychnin- nitrat
g	g	%
28,2	0,280	0,513
30,8	0,305	0,511
21,8	0,220	0,521

Die größte Abweichung vom theoretisch geforderten Werte von 0,525% beträgt also 0,014%.

Die Arbeitsweise, nach welcher sich der Gehalt eines Giftweizens an Strychninnitrat verhältnismäßig rasch bestimmen läßt, ist folgende:

50,0 g des feingemahlenen, zu untersuchenden Giftweizens wiegt man in einen 500er Erlenmeyer-Kolben, tariert und wiegt 150 g eines Gemisches von 250 cm³ Äther + 150 cm³ Chloroform hinzu. Gerät etwas mehr von dem Gemisch in den Kolben, so wird das ganze Gewicht festgestellt. Jetzt mazeriert man mit 50 cm³ eines Soda-Natronlaugegemisches (75 cm³ NaOH 15%ig, 425 cm³ Na_2CO_3 10%ig, 500 cm³ dest. Wasser) und läßt verschlossen über Nacht stehen (am Tage öfters um-

schütteln). Am andern Tage filtriert man durch ein trockenes Filter in einen tarierten Erlenmeyer-Kolben, wobei man rasch operiert und den Trichter mit einem Uhrglase bedeckt. Man ermittelt durch Wiegung die Menge der Lösung und verdunstet auf dem Wasserbade ungefähr zwei Drittel derselben. Den Rest filtriert man durch ein mit Chloroform angefeuchtetes Filter in einen kleinen Scheidetrichter, gibt 10 cm^3 3%ige Salpetersäure zu, sowie soviel Äther, daß die Äther-Chloroformschicht auf der Salpetersäure schwimmt, und schüttelt gut durch. Nachdem noch zweimal mit je 10 cm^3 3%iger Salpetersäure durchgeschüttelt wurde, werden die vereinigten Auszüge durch Erwärmen im Wasserbade von den Lösungsmitteln befreit, in ein Becherglas mit Marke

bei 100 cm^3 filtriert und nachgewaschen. Man füllt bis etwa 15 bis 20 cm^3 unterhalb der Marke auf, fügt 10 cm^3 5%ige Silicowolframsäure zu und füllt bis zur Marke. Jetzt erhitzt man bis zum eben beginnenden Sieden, läßt über Nacht stehen, filtriert durch einen getrockneten und gewogenen Asbest-Gooch-Tiegel und wäscht 4 mal mit je 1 cm^3 dest. Wasser aus. Der Tiegel wird nach dem Trocknen über freier Flamme geglüht, bis die reine gelbgrüne Farbe des $\text{WO}_3 \cdot \text{SiO}_3$ erscheint, und nach dem Erkalten im Exsiccator, gewogen. Durch Multiplikation mit 0,516 (log. 71 294) erhält man das Gewicht des in der angewandten Menge enthaltenen Strychninnitrats.

Die Methode wird hiermit den Fachgenossen zur Nachprüfung und Anwendung empfohlen. [A. 159.]

VERSAMMLUNGSBERICHTE

11. Kongreß für industrielle Chemie der Société de Chimie industrielle.

Paris, 28. September bis 4. Oktober 1931.

Der Kongreß wurde in der Sorbonne vom Vorsitzenden, Louis Hauzeur, dem Präsidenten der Compagnie Asturienne des Mines, unter dem Ehrenvorsitz des Ministers der öffentlichen Arbeiten, Maurice Deligne, eröffnet. Der Vorsitzende widmete zunächst dem früheren Vorsitzenden, Henri Gall, einen Ehrennachruf und verkündete sodann die Ernennung von Prof. Einar Bilmann, Kopenhagen, Präsidenten der Union internationale de Chimie, zum Ehrenmitglied der Société de Chimie industrielle. —

Die Eröffnungssitzung stand im Zeichen des Andenkens an Henri Moissan.

Prof. G. Flusin, Direktor des Instituts für Elektrochemie und Metallurgie in Grenoble: „Die Bedeutung Moissans für die Entwicklung der elektrischen Öfen.“ —

An Stelle des durch Krankheit am Erscheinen verhinderten Dr. Albert R. Frank, Vorstandsmitglied der Bayerischen Stickstoff-Werke A.-G., sprach Prof. Dr. H. H. Frank, Berlin: „Das Moissansche Carbid und die chemische Industrie.“

Die 1892 von Moissan veröffentlichte erste Arbeit über den elektrischen Ofen und seine Verwendung zur Erhitzung der chemischen Stoffe auf hohe Temperaturen ist der Ausgangspunkt einer großen Industrie geworden. Vortr. schilderte zunächst die wissenschaftlichen Erfolge durch die Verwendung des elektrischen Ofens. So konnten die bisher der Schmelzung widerstehenden Metalloxyde zum Schmelzen gebracht werden, und eine neue Serie von Reaktionen wurde möglich. Schwer reduzierbare Metallverbindungen konnte der Sauerstoff entzissen werden, und es gelang Moissan die Reindarstellung von Chrom, Mangan, Vanadium, Titan usw. Die Oxyde mit einem Überschuß von Kohle erhitzt, lieferten die Carbide. Unsere chemische Industrie wird charakterisiert durch zwei Hauptprobleme. Die organische Chemie, die Farbstoff- und Arzneimittelsynthese haben lange Zeit die chemische Industrie beherrscht, dann trat das Problem des Stickstoffdüngers hinzu. Beim Calciumcarbid finden wir eine Verknüpfung der beiden Probleme. Durch die Verbindung des Calciumcarbids mit dem Stickstoff der Luft kam man zu den Cyanamiden, wichtige Düngemittel, durch die Erhitzung von Koks mit Kalk tritt eine Vergasung auf, und man erhält eine Reihe organischer Derivate. Die Herstellung des Calciumcarbids im elektrischen Ofen hatte die Ausnutzung der Wasserkräfte und Entwicklung großer Elektrizitätszentralen zur Folge. Die Bildung von Calciumcyanamid war Moissan bei der Einwirkung von reinem Stickstoff auf Calciumcarbid entgangen. Die Stickstoffbindung zu Calciumcyanamid gelang 1893 Caro, der dann gemeinsam mit A. Frank die Calciumcyanamidherstellung einführte. Zunächst war für diese Herstellung ein halbtechnischer, elektrischer Ofen verwendet worden. Das Verfahren ist dann gemeinsam mit Siemens & Halske, der Gold- und Silberscheideanstalt und der Deutschen Cyanamidgesellschaft in die Technik übergeführt worden. Vortr. verweist auf die Verdienste Caros um die Durchführung des Verfahrens sowie auf die Verdienste Galls, der die Cyanamidsynthese in Frankreich eingeführt hat. Vortr. gibt dann eine Übersicht über die technischen Darstellungsverfahren und die

Fabrikate der Bayrischen Stickstoff-Werke. Zum Schluß verweist Vortr. dann auf die Bedeutung der Carbide für die organische Synthese, auf die Bedeutung des Acetylens, die Herstellung von Chlorderivaten, von Acetaldehyd und Essigsäure, Alkohol und Äther. —

Hauptvorträge der verschiedenen Gruppen.

Ing. Kai Warming, Kopenhagen, Chefingenieur der dänischen Schwefelsäure- und Superphosphat-Fabrik: „Die Herstellung von Schwefelsäure und Superphosphaten in Dänemark.“ — Prof. Dr. Ruzicka, Zürich: „Neuere Untersuchungen über die natürlichen Riechstoffe.“ —

In einer gemeinsam von der Société de chimie industrielle und der Société des Ingénieurs Civils de France organisierten Sitzung im großen Saal der Sorbonne sprach am 28. September unter dem Vorsitz von Prof. Béhal Georges Claude: „Über die Verwertung der Wärmeenergie des Meeres durch das Verfahren Claude-Boucherot, insbesondere die Arbeiten auf Kuba.“

Das kalte Wasser wurde aus Tiefen von 1000 m mit Hilfe gewaltiger Röhren von 2 m Durchmesser und 2 km Länge genommen. Die Versuche sind nach einigen Mißerfolgen, so Zerstörung der Röhren durch Sturmfluten, endlich gelungen, und man konnte eine kleine Turbine mit der aus dem Meerwasser gewonnenen Energie in Betrieb setzen. Vortr. ist davon überzeugt, daß die nach seinem Verfahren gewonnene Energie durch Ausnutzung der Temperaturgefälle des Meerwassers viel billiger wird als die von Wasserkraftwerken gelieferte Energie, und daß sich so der Energiewirtschaft neue Aussichten in der Zukunft eröffnen und eine gewaltige Quelle motorischer Energie zur Verfügung steht. —

Abteilung analytische Chemie, Laboratoriumsapparatur.

Vorsitzender: Prof. A. Kling, Paris.

A. Lassieur: „Trennungen mit Schwefelwasserstoff.“

Nickelsulfide bilden sich nur in Lösungen von $\text{pH} = 2,8$, in sauren Lösungen treten keine Fällungen ein. Fügt man den Lösungen Salze zu, die die Ausflockung von Zinksulfid begünstigen, so erhält man schon bei $\text{pH} = 1$ einen Niederschlag von Zink, bei $\text{pH} = 2,4$ ist die Fällung des Zinks vollständig, während Nickel noch in Lösung bleibt. Durch die Einhaltung der entsprechenden Wasserstoffionenkonzentration ist auch eine vollständige Trennung von Zink und Blei gelungen. Bei $\text{pH} = 1,02$ erhält man eine jedoch nicht quantitative Fällung von Zinksulfid, bei $\text{pH} = 0,52$ tritt keine Ausflockung von Zinksulfid mehr auf, selbst nach sehr langem Stehen. Für die vollständige Fällung von Blei muß die Lösung mindestens 18 Stunden stehen. Die Ansicht, daß die Trennungen mit Schwefelwasserstoff sehr leicht durchzuführen sind, ist nicht richtig. Die Verhältnisse sind sehr kompliziert, und vollständige Trennungen erhält man nur bei genauer Einhaltung des entsprechenden pH . —

E. Rousseau: „Die Bestimmung von Zinn in Gußeisen und Stahl.“ —

A. Jonesco-Matiu: „Quantitative Bestimmung der Amalgame durch die merkurimetrische Methode.“ (Vorgetragen von Lassieur.)

Nach dem vom Vortr. schon früher entwickelten merkurimetrischen Verfahren wurde die Bestimmung von Amalgamen