

dem konnte er nachweisen, dass auch die Ammoniak- und die Ammoniumoxalatmengen auf die Resultate von Einfluss sind<sup>1)</sup>. Die Ursachen dieser Beeinflussungen sind bisher unbekannt.

Diese Beobachtungen Majdels gelten zwar nur für Magnesium, M. Ishibashi<sup>2)</sup> hat diesen Befund aber auch für die Phosphorsäure bestätigt.

Hier müssen wir erwähnen, dass einige Angaben M. Ishibashis gewissermaßen im Widerspruch mit unseren Erfahrungen stehen. Ishibashi behauptet, dass der kolloidal ausgeschiedene Niederschlag auch bei längerem Erwärmen schwer in die krystallinische Form übergeht. Nach ihm gehen auch  $K^+$  und  $SO_4^{2-}$  in den Niederschlag, was wir nicht beobachten konnten.

A. W. Epperson<sup>3)</sup>, J. I. Hoffman und G. E. F. Lundell modifizierten die Schmitzsche Methode, indem sie in der Kälte bzw. sogar bei Eiskälte fällen.

Zum Schluss möchten wir die Tabelle IV in unserer letzten Mitteilung<sup>4)</sup> korrigieren. Bei den Analysen 70, 71 und 72 ist die berechnete Menge  $MgO$  0,1187 (nicht 0,1182), somit waren die Resultate auch für 0,5 *ccm* Schwefelsäure befriedigend.

*Institut für analytische Chemie an der Universität in Zagreb (Jugoslavien.)*

## Über die Bestimmung des Silbers in Lösungen von Kaliumsilbercyanid.

Von

A. Wogrinz, Wien.

[Eingegangen am 10. März 1932.]

Ich habe seinerzeit für die Betriebskontrolle von galvanotechnischen Silberbädern ein Verfahren zur raschen Bestimmung des in ihnen enthaltenen Edelmetalls ausgearbeitet; nachdem nunmehr gewisse Bindungen weggefallen sind, will ich hier mitteilen, wie ich es handhabe. Es besteht einfach in der Ausfällung des Silbers aus dem Komplex  $K[Ag(CN)_2]$  mit Aluminium. Man geht folgendermaßen vor:

Eine der zu untersuchenden Lösung mit der Pipette entnommene Probe gibt man in einen 200 *ccm*-Erlenmeyerkolben, verdünnt, wenn

<sup>1)</sup> Tehnički List 7, 82, 241 (1925); Arhiv za Hemiju i Farmaciju 1, 216 (1927); vergl. diese Ztschrft. 82, 160, 425 (1930).

<sup>2)</sup> Memoirs of the College of Science Kyoto, Imp. Univ. A. 12, 23, 39, 49, 135 (1929); vergl. diese Ztschrft. 84, 261 (1931).

<sup>3)</sup> Journ. Americ. Chem. Soc. 50, 321 (1928); vergl. diese Ztschrft. 76, 156 (1929).

<sup>4)</sup> Diese Ztschrft. 82, 161 (1930).

nötig, auf etwa 30 *ccm*, fügt etwa 3 *g* Ätzkali zu und nach dessen Lösung unter kräftigem Umschwenken mit einem kleinen Löffel Aluminiumbronze (nicht gefettete Ware für pyrotechnische Zwecke!), bis kräftige Wasserstoffentwicklung bei starkem Aufschäumen anzeigt, dass alles Silber ausgefällt ist. Dieses scheidet sich in groben Flocken ab, die rasch auf den Boden des Kolbens sinken. Man füllt ihn mit Wasser an und filtriert seinen Inhalt flott durch einen Goochtiiegel, den man ohne Siebplättchen bloss mit einer einfachen Lage von Asbest beschickt. Schliesslich bringt man den selbstverständlich gut gewaschenen Rückstand im Tiegel samt dem Asbest mit Spatel und Spritzflasche wieder in den Fällungskolben, dazu etwa 5—6 *ccm* einer von Chlor freien Salpetersäure (D 1,4) zum Lösen des Silbers und, wenn dies erfolgt ist, nach Verdünnen auf etwa 100 *ccm*, einige Tropfen einer gesättigten Lösung von Eisenalaun, worauf man mit 0,1 *n*-NH<sub>4</sub>CNS-Lösung austitriert.

Ich möchte bei dieser Gelegenheit darauf aufmerksam machen, dass es nicht angeht, aus Silberlösungen wie den hier erwähnten mit Säure ausgefälltes, allenfalls mit AgCl vermischtes AgCN im glasierten Rosetiegel im Wasserstoffstrom zu reduzieren und den Rückstand als reines Silber anzusprechen und zu wägen. Man findet, wenn man dies tut, stets zu hohe Werte, weil das gewonnene Metall Einschlüsse enthält, deren Art vorläufig dahingestellt bleiben möge. Man muss also das Metall in Salpetersäure lösen und diese Lösung dann nach einem der üblichen Verfahren titrieren.

---

## Reaktionen und Reagenzien zum Nachweis organischer Verbindungen I.

Von

Edwin Eegriwe.

[Eingegangen am 11. März 1932.]

Mit der vorliegenden Abhandlung seien Mitteilungen über neue Nachweise für einzelne organische Verbindungen oder Gruppen eingeleitet.

### Weinsäure.

Zum Nachweis von Weinsäure, wenn dieselbe im Anionengang<sup>1)</sup>, evtl. nach Abtrennung von einer Reihe anderer organischer Säuren, als Calciumsalz zur Abscheidung gelangt, kann folgende neue Reaktion dienen.

Wird eine kleine Menge von Weinsäure oder einem Tartrat mit konz. Schwefelsäure, welche wenig Gallussäure aufgelöst enthält, erhitzt, so

---

<sup>1)</sup> C. R. Fresenius, Anleitung zur qualitativen chem. Analyse, 17. Aufl., S. 599 (1919).