keit anstatt 80 ccm vielleicht 90 ccm Endlauge verarbeitet werden, da immer mit Fabrikationsverlusten durch Verstreuen und Verschütten, Auswaschen der Apparatur usw., gerechnet werden muß. Es bleiben demnach von den im ganzen zur Verfügung stehenden 200 cbm Endlaugen rd. 110 cbm übrig, welche rd. 430 dz MgCl<sub>2</sub> enthalten, die mit den oben erhaltenen 160 dz roher Magnesia von 80% MgO-Gehalt rd. 1200 dz des oben erwählten Magnesium-

oxychlorids ergeben.

Erfahrungsgemäß stellt dieses, nach besonderem Verfahren hergestellte Magnesiumoxychlorid eine Verbindung mit höchst wertvollen Eigenschaften dar. Es ist bei gewöhnlicher Temperatur einerseits ein Körper, der wegen seines MgO-Gehaltes schwach basisch wirkt; andererseits vermag gerade auch dieses Oxychlorid, getrocknet, schon bei 150-170° reichlich Salzsäuregas zu entwickeln, welches besonders in statu nascendi für chemische Reaktionen hervorragend geeignet ist. Diesbezügliche Versuche sind im Gange und vom Erfinder zum Teil schon zu Patenten angemeldet worden. Die leichte Entwicklung von Salzsäure aus dem Oxychlorid macht es z. B. geeignet, direkt zur Herstellung der Salzsäure in Tropenländern zu dienen, wobei der bisherige lästige Transport von Schwefelsäure fortfallen würde. Auch zum Carbonisieren von Geweben wird das Oxychlorid als Ersatz von Salzsäure zu gebrauchen sein. Bezüglich seines physikalischen Verhaltens ist zu erwähnen, daß es infolge seines hohen  $\mathrm{MgCl_2}$ -Gehaltes, nämlich 35-40% MgCl<sub>2</sub>, genügend hygroskopisch ist, um für alle Verwendungszwecke der Endlauge, die auf dieser ihrer Eigenschaft basieren, geeignet zu sein; auch ist das Oxychlorid als feste Masse für längere Transporte bedeutend vorteilhafter als die flüssige Endlauge. Zur Herstellung von Steinholz-Fußböden ist es ein ideales Material, da es schon sowohl Chlormagnesium, als auch Magnesia enthält, und ihm nur noch ein gewisser Rest von Magnesia und das nötige Wasserquantum zuzusetzen ist, um in Verbindung mit den bekannten Füllmaterialien eine vollkommen gleichmäßige Masse zu bilden. Auch hier wird die billige Darbietung des Chlormagnesiums in fester Form und damit die leichte Transportfähigkeit desselben, wie auch der Gehalt an Magnesia Veranlassung sein, der weitestgehenden Verwendung zu Steinholz-Fußböden, besonders im Auslande, förderlich zu sein.

Eine weitere Verwendungsmöglichkeit für das Oxychlorid liegt in der Eigenschaft desselben, das Chlormagnesium derart festzuhalten, daß es nicht ohne weiteres durch Wasser auszuwaschen ist. Es wird sich darum z. B. in der Landwirtschaft vielleicht dazu eignen, sandige Böden, die infolge ihrer Trockenheit wenig fruchtbar sind, feucht zu erhalten und darum fruchtbar zu machen. Wenn auf diese Weise die großen, wegen ihrer Dürre bekanntlich vollständig unfruchtbaren Küstenstriche Deutsch-Südwestafrikas der Land- und Forstkultur zugänglich gemacht werden könnten, würde sich hier ein außerordentlich umfangreiches Absatzgebiet für Oxychlorid finden. Es sei an dieser Stelle erwähnt, daß das Oxychlorid in getrocknetem Zustande sich gut mahlen läßt und dann ein bequem zu streuendes Pulver bildet.

Nicht unerwähnt soll bleiben, daß einschlägige Versuche die Verwendbarkeit des Oxychlorids zur Klärung verschiedener Abwässer gezeigt haben 4) als welche zu nennen sind diejenigen von Färbereien, Gerbereien, Brauereien, Papierfabriken, Wollwebereien und Wollkämmereien, Schlachthöfen, Molkereien, Margarinefabriken, Cellulosefabriken usw.

Das getrocknete Oxychlorid ist stark porös und kann möglicherweise benutzt werden als Aufsaugmittel für Carbolsäure und Teeröle, mit denen es alsdann Desinfektionsmittel zu verschiedenen Zwecken bildet. Im getrockneten und gepulverten Zustande bildet unter Umständen das Oxychlorid eine sammetweiche Masse, welche an Stelle des sogenannten Poté als trockenes Poliermittel verwendet werden kann. Zur Darstellung von unterchlorigsaurer Magnesia bildet das getrocknete Oxychlorid wegen seiner Porosität ein vorzügliches Ausgangsmaterial, und der Gehalt

desselben an MgCl<sub>2</sub> wird auf die Bleichwirkung einen günstigen Einfluß ausüben. In reichlichen Gaben angewendet, wird das getrocknete und streufähige Oxychlorid sich auch dazu eignen, bei landwirtschaftlichen Kulturen Unkraut und Moos zu vertilgen, im Forstbetriebe auch den Kieferspinner zu töten.

Man sieht aus allen diesen Erwägungen, daß für das Oxychlorid wohl eine große Reihe von Verwendungsmög-lichkeiten vorliegt, und wird es Sache der Industrie sein, diese durch entsprechende Versuche zu erproben und noch zu vermehren. Während also einerseits mit der Zeit außerordentliche Mengen von Oxychlorid untergebracht werden können, wird es sich andererseits nur darum handeln, ob ein genügender Absatz für die bei der Aufarbeitung der Endlauge entstehende Salzsäure geschaffen werden kann. Auch diese Frage dürfte zu bejahen sein, da auch die Herstellung der Salzsäure aus Chlornatrium und Schwefelsäure einer wirksamen Konkurrenz nicht standzuhalten vermag. Nach bezüglichen Berechnungen würde die Salzsäure von 20° Bé. technisch arsenfrei und mit nur 0,1 bis 0,2% SO<sub>3</sub> mit 1 M pro Kilogramm ab Werk geliefert werden können. Sämtliche Betriebskosten werden gedeckt, wenn das erhaltene Oxychlorid mit 1,20—1,50 M pro 100 kg verkauft werden kann. Solange dies noch nicht möglich sein wird, kann die erhaltene Magnesia nach ihrer Aufarbeitung zu einem verkaufsfähigen Produkt zum Teil oder ganz als solche verkauft werden, wobei jetzt schon dem Werk ein nicht unerheblicher Nutzen verbleiben würde.

Es wird selbstverständlich zur Einführung des Verfahrens erst ein Kaliwerk bahnbrechend vorgehen müssen, um Erfahrungen zu sammeln und der Industrie Oxychlorid zu Versuchszwecken zur Verfügung zu stellen. Indessen dürfte mit Rücksicht auf die Erwägung, daß manches Kaliwerk für die Beseitigung der Endlaugen erhebliche Geldopfer bringen würde, wenn es dadurch in den Stand gesetzt würde, eine Fabrik zur Verarbeitung einer carnallitischen Rohsalze zu betreiben, dieser Entschluß nicht allzu schwer fallen, zumal die wegen des Krieges erfolgte Einschränkung der Betriebe die beste Gelegenheit zu Versuchsarbeiten, besonders auch die Gewinnung von Salzsäure betreffend, bietet<sup>5</sup>). Es ist deshalb zu erwarten, daß auch hier der kontinuierliche Betrieb der Chlormagnesiumzersetzung, wie überall, über den periodischen triumphieren und dadurch eine rationelle Verwertung der Endlaugen ermöglichen wird.

## Nitrocellulose aus Baumwolle und Holzzellstoffen.

Von CARL G. SCHWALBE und AUGUST SCHRIMPFF.

Vorläufige Mitteilung<sup>1</sup>).

(Eingeg. 9./11. 1914.)

Die Versuche, aus Holzcellulose Nitrocellulose herzustellen, reichen bis zum Jahre 1865 zurück. In diesem Jahre erschien eine Broschüre des preußischen Artillerieoffiziers Eduard Schultze, in der auf die Herstellung eines Spreng- und Treibmittels aus Holz aufmerksam gemacht wurde. In den Jahren 1870/71 verbesserte Volkmann dieses, weiße Pulver", indem er die nitrierte Cellulose mit Äther-Alkohol gelatinierte. Erwies sich das Schultzepulver auch für militärische Zwecke nicht geeignet, so fand es als Jagdpulver doch bald Verbreitung und erfreute sich als solches einer großen Beliebtheit. In neuerer Zeit sind von Nitzelnadel ausführliche Untersuchungen veröffentlicht worden, welche sich mit diesem Problem befassen, und

<sup>4)</sup> Persönliche Mitteilung des Erfinders.

<sup>&</sup>lt;sup>5</sup>) Vgl. auch Chem.-Ztg. 38, 120—121 (1914); O. N. Witt, Die deutsche chemische Industrie und der Krieg.

<sup>1)</sup> Diese Mitteilung erweist sich als notwendig, da der eine von uns gezwungen ist, die Arbeit für einige Zeit zu unterbrechen, und wir uns ungestörte Weiterarbeit sichern wollen.

aus denen hervorgeht, daß sich wahrscheinlich Sulfitcellulose zur Herstellung von Nitrocellulose eignen dürfte. Bis heute wird Nitrocellulose für die verschiedenen Ver-

Bis heute wird Nitrocellulose für die verschiedenen Verwendungszwecke der Industrie fast ausschließlich aus reiner Baumwollcellulose hergestellt, obgleich Holzcellulose in genügenden Mengen und in geeigneter physikalischer Beschaffenheit zu weit niedrigerem Preise zur Verfügung stehen würde und zudem in Deutschland erzeugt wird, während die Baumwolle eingeführt werden muß. Wenn man trotzdem der teureren Baumwolle den Vorzug gibt, so geschieht das, weil man aus reinerer Cellulose auch leichter eine reine Nitrocellulose erhält, und weil die im Holzzellstoff vorhandenen Verunreinigungen doch aller Wahrscheinlichkeit nach einen Einfluß auf die Stabilisierung und die Beständigkeit haben könnten. Den Einfluß dieser Verunreinigungen auf die Stabilität festzustellen, war Zweck der vorliegenden Arbeit.

Wir haben für unsere Untersuchungen charakteristische Typen von Handelszellstoffen gewählt: Nadelholz und Laubholz, ferner Ritter-Kellner-, Mitscherlich- und Natroncellulose, und zunächst eine chemische Charakterisierung derselben versucht, wobei reinste Baumwolle zum Vergleich herangezogen wurde. Von den erhaltenen Daten ließen sich Asche, Kupferzahl, Kupfersulfatzahl, Holzgummizahl, Pentosangehalt, Methylzahl und Äther-Alkoholextrakt zur Untersuchung der einzelnen Typen verwenden. Bezüglich des Aschengehaltes zeigte sich, daß bei Holzzellstoffen aus einem hohen Aschengehalt des Rohmaterials nicht auf einen hohen Aschengehalt der daraus hergestellten Nitrocellulosen geschlossen werden darf. Der Einfluß des Oxycellulosegehaltes, der durch die Kupferzahl erkannt werden kann, ist schon von Piest klargelegt worden. Desgleichen bekannt ist die ungünstige Wirkung eines hohen Holzgummigehaltes. Der Pentosangehalt läßt eine scharfe Unterscheidung der Sulfit- und Natronstoffe zu.

Die Holzzellstoffe lagen in einer zur Nitrierung ungünstigen Form als dicke Zellstoffpappen vor; sie wurden daher im Holländer aufgeschlagen, durch einen Sortierer geschickt, und aus dem so gewonnenen, sehr gleichmäßigen Papierbrei dünne Papierblätter geformt. Dieselben wurden erst an der Luft und dann im Trockenschrank bei 95—100° getrocknet, so daß sie mit einem Feuchtigkeitsgehalt von höchstens 1,0% der Einwirkung der Nitriersäuren ausgesetzt wurden. Wir benutzten für unsere Versuche zwei Nitriersäuren:

Die Zusammensetzung war so gewählt, daß der gewünschte Zweck durch halbstündige Einwirkung erreicht wurde. Durch gutes Abpressen auf einer Nutsche wurde die Nitrocellulose soweit als möglich von der Säure befreit, zuerst mit kaltem Wasser, dann mit heißem Wasser gewaschen und endlich in bekannter Weise stabilisiert. Nitzeln adel, der auch Holzzellstoffe nitrierte, reinigte seine Produkte nach dem Patent von Schulz durch Druckerhitzung mit Wasser. Hierbei erleidet aber die Nitrocellulose eine tiefgehende, molekulare Umlagerung, wie sich an der Veränderung der Löslichkeit in Äther-Alkoholzeigt; Bergmann und Junk haben für diese Löslichkeitsänderung Werte bis zu 13% durch zweistündige Erhitzung festgestellt; wir fanden bei zwei Holzzellstoffen eine Steigerung um 9,45 und 11,86%. Wir hielten es daher für richtiger, uns an das Stabilisierungsverfahren der Technik anzulehnen.

Die Nitrocellulosen wurden dann auf ihre allgemeinen Eigenschaften untersucht, also der Gehalt an Asche, an fremden Beimengungen und unnitriertem Zellstoff, die Löslichkeit in Äther-Alkohol, der Stickstoffgehalt, der Gehalt an Schwefelsäureestern und die Viscosität ermittelt. Es wurde hierbei unter anderem gefunden, daß man auch au<sup>8</sup> Holzcellulose eine Nitrocellulose mit 5—6% Löslichkeit herstellen kann, so daß eine gegenteilige Behauptung G u t t manns keine Bestätigung fand. Der höchste Stickstoffgehalt betrug bei einer Baumwolle 13,46% und bei einem Holzzellstoff 13,34%.

Die Untersuchung auf Beständigkeit wurde nach der Stickstoffabspaltungsmethode von Bergmann und Junk ausgeführt, welche für staatliche Abnahmeprüfungen obligatorisch ist. Hierbei zeigte sich die überraschende Tatsache, daß alle Ausgangsmaterialien eine Nitrocellulose ergaben, die den behördlichen Anforderungen an Stabilität entsprach, so daß die Verunreinigungen keinen bleibenden Einfluß auf die Stabilität des fertigen Produktes hatten, wenngleich sie auch natürlich die Art und Dauer der Stabilisierung beeinflussen müssen.

Als zweites überraschendes Ergebnis wurde gefunden, daß Nitrocellulose aus reiner Baumwolle bei einer Kochdauer, die im Großbetriebe schon ein beständiges Produkt ergab, noch 5,59 ccm NO abspaltete, und daß bei gleich langer Kochdauer Nitrocellulose aus einem unreinen Natronstoff 2,10 ccm NO in zwei Stunden abgab gegen 3,51 bei der reinen Baumwolle. Die Ursache für diese auffallende Erscheinung konnte nur darin zu suchen sein, daß im Laboratorium nicht alle Arbeitsbedingungen des Betriebes eingehalten waren. Für die kleine Nitrierzentrifuge von Selwig und Lange sind mindestens 500—600 g Zellstoff not-wendig, so daß ihre Anwendung in einem wissenschaftlichen Unterrichtsinstitut ausgeschlossen ist. Wird aber nach der Nitrierung die Säure nicht abzentrifugiert, so hält natürlich die Baumwolle infolge ihrer physikalischen Beschaffenheit mehr Säure zurück, als Holzcellulose in Papierform. Beim Eintragen in kaltes Wasser findet daher unter starker Erwärmung eine Zersetzung der Salpetersäure statt, und die durch die Stickoxyde bewirkte Oxydation zu Nitrocellulose ist in dem einen Falle stärker, als in dem anderen. Nach den Untersuchungen von Piest sind die Ester der Oxycellulose aber schwieriger zu stabilisieren als die normalen Salpetersäureester der Cellulose. Noch eine andere Erklärung ist möglich, die mit der eben erwähnten im Zusammenhang steht. Beim Eintragen der sauren Wolle in kaltes Wasser wird die noch aufgesaugte Säure für kurze Zeit unter starker Temperaturerhöhung die Zusammensetzung einer Kollodiumwollnitriersäure annehmen und dann in geringem Maße eine Umnitrierung bewirken, welche bei der hohen Temperatur nach den Untersuchungen von Piest Ester der Oxycellulose ergeben muß.

Es liegt auf der Hand, daß Baumwolle in Papierform die Stabilisierungsschwierigkeiten herabsetzen müßte, wenn die obige Erklärung richtig sein soll. Der Versuch bestätigte das auch. Hierbei wurde auch gefunden, daß der Grad des Mahlens von großer Bedeutung für den Erfolg der Nitrierung ist. Wird die Baumwolle zu lange gemahlen, so erhält man hartes, horniges Papier, das sich nicht mehr zu Nitrocellulose nitrieren läßt, offenbar infolge seines Gehaltes an "totgemahlener" Cellulose. Da in der Celluloid- und auch teilweise in der Pulverindustrie die Baumwolle als Papier nitriert wird, so ist diese Erscheinung der Beachtung wert, indem ein Gehalt an solch totgemahlener Cellulose die Ausbeute an Nitrocellulose herabsetzen und den Gehalt an unnitriertem Zellstoff erhöhen muß.

Beim Mahlen der Nitrocellulose im Holländer schabt sich von den Bronzemessern der Messerwalze und des Grundwerkes Metall ab und bleibt im Faserbrei. Mit verd. Salzsäure kann dasselbe herausgewaschen werden; ist aber die Nitrocellulose zu lange gemahlen, so ist das in kolloidaler Form festgehaltene Kupfer nicht mehr zu entfernen. Sein Prozentgehalt betrug in zwei Fällen 0,058 und 0,050; ein Einfluß dieses Metallgehaltes auf die Stabilität war nicht zu erkennen.

Für die Herstellung von Celluloid wird die Nitrocellulose nach dem Mahlen gebleicht, und wir haben daher auch den Einfluß des Bleichens in den Kreis unserer Untersuchungen gezogen. Wir fanden, daß der Gehalt an unnitrierter Cellulose durch die Bleiche vollständig verschwand der Stickstoffgehalt bei einer Baumwolle von 13,44 auf 13,32% fiel und bei einem Natronstoff von 13,12 auf 13,22% stieg.

Als Ursache der Unstabilität ist vielfach ein Gehalt an

Schwefelsäureestern angesehen worden. Hake und Bell, die gemischte Salpeterschwefelsäureester annehmen, fanden in ihren Nitrierungsprodukten immer gebundene Schwefelsäure; sie haben aber keine Daten für die Beständigkeit der von ihnen untersuchten Nitrocellulosen angegeben. Pi est fand, daß stabile Baumwoll-Nitrocellulosen keine Schwefelsäureester enthalten; die Menge Schwefelsäure, welche man bei der Untersuchung findet, entspricht nach seiner Ansicht dem Gipsgehalt des Waschwassers. Dieses Ergebnis Piests wurde durch unsere Untersuchungen für Holzzellstoff-Nitrocellulosen bestätigt.

Zur rascheren Zerstörung der Schwefelsäureester ist von Baschieri das Kochen in saurer Lösung empfohlen worden; er wählte hierzu eine Konzentration von 0,05% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> und beobachtete einen Abfall des Stickstoffgehaltes um ca. 0,3%. Nun ist bekannt, daß die normalen Schwefelsäureester äußerst empfindlich gegen H-Ionen sind, sie werden durch Kochen mit stark dissoziierten Säuren, wie z. B. verd. Salzsäure, unter vollständiger Abspaltung der gebundenen Schwefelsäure zerlegt, worauf Stadlinger die quantitative Bestimmung der gebundenen Schwefelsäure

in Nitrokunstseiden aufbaute.

Wir fanden, daß sich Nitrocellulose beim Kochen mit 1% Salzsäure ganz anders verhält, als beim Kochen mit Schwefelsäure: es fand keine Spur einer Verseifung des Salpetersäureesters der Cellulose statt, der Stickstoffgehalt wurde höher, die Löslichkeit niedriger, und die Stabilität um ein Geringes besser.

Ob es möglich ist, die Nitrocellulose rascher als durch langes Kochen zu stabilisieren, ob insbesondere die Entfernung der schädlichen Ester der Oxycellulose auf einem anderen, als dem bisher üblichen Wege zu erreichen ist, ist Gegenstand weiterer Untersuchungen, die noch nicht abgeschlossen sind.

Eberswalde.

Versuchsstation für Zellstoff- und Holzchemie; Chem.-Technolog. Abteilung des forstlichen Versuchswesens; Kgl. Forstakademie. [A. 187.]

## Bemerkungen zu L. W. Winklers Arbeit: "Über die Bestimmung des Ammoniaks mit der Borsäuremethode."

Von Dr. E. BERNARD, Magyaróvár.

(Eingeg. 7./12. I914.)

Zu Winklers zuletzt in dieser Zeitschrift<sup>1</sup>) erschienener Arbeit möchte ich folgende Bemerkungen hinzufügen.

Winkler hatte schon in seiner ersten2) diesbezüglichen Arbeit vorgeschlagen, seine Methode bei der Bestimmung des Stickstoffs nach Kjeldahl zu erproben.

Da ich dies bei Maßanalysen für besonders wichtig hielt, machte ich eine Reihe von Versuchen, indem ich Futter-mittel von verschiedener Herkunft und Zusammensetzung zwecks Bestimmung der in ihnen vorhandenen Stickstoffbzw. Rohproteinmenge nach Winklers Methode untersuchte.

Meine Arbeit soll binnen kurzem in den Landwirtschaftlichen Versuchsstationen erscheinen, deren Redaktion ich die Handschrift am 14/10. l. J. einsandte. Daher möchte ich hier bloß meine Ergebnisse, welche sich mit denen Winklers völlig decken, kurz erwähnen.

Ich erhielt mit der Winklerschen Methode stets zufriedenstellende und sehr genaue Resultate. Die so erhaltenen Zahlenergebnisse stimmten mit den Beleganalysen, die ich mit dem ursprünglichen Kjeldahlverfahren ausführte, sehr gut überein.

Ich hatte in meiner Arbeit bereits folgende Vorsichts-

maßregeln vorgeschlagen:
1. Es muß besonders dafür Sorge getragen werden, daß die Konzentration und Menge der zu benutzenden Bor-

säurelösung stets eine genügende ist. Der Rohproteingehalt der in der landwirtschaftlichen Praxis üblichen Futtermittel variiert, wie bekannt, beiläufig zwischen 5 und 53%, und demgemäß beträgt die Menge des zu überdestillierenden Ammoniaks ca. 0,01-0,3 g, vorausgesetzt, daß 2 g des ursprünglichen Futtermittels wie üb-

lich, behandelt werden.

2. Man benutzt reine, krystallisierte Borsäure, die immer von vorzüglicher Reinheit ist, und verfährt zweckmäßig so, daß man sich schon vorher eine größere Menge 3-und 5%iger Borsäurelösung durch Lösen der Säure in warmem Wasser bereitet, wodurch die Arbeit, besonders bei Maßanalysen, wesentlich erleichtert wird. Es ist wohl zu beachten, daß das Einfüllen der Borsäure in die Vorlage keine besondere Genauigkeit erfordert und zweckmäßig mit einem Meßzylinder oder mit einer Mensur erfolgen

Das zum Aufbewahren der Borsäurelösung bestimmte Gefäß soll vor jedem Gebrauch gründlich durchgeschüttelt werden; man gibt die nötige Borsäuremenge samt den in der Lösung schwebenden Kryställchen in die Vorlage. Die Kryställchen lösen sich während des Destillierens auf, wodurch die nötige Konzentration der Borsäurelösung gesichert wird.

Die in der Vorlage nötige Menge der Borsäure wird nun wie folgt bemessen: auf 0,01—0,08 g Ammoniak nimmt man 50 ccm der 3%igen Lösung, auf 0,08—0,15 g Ammoniak

nimmt man 100 ccm der 5%igen Lösung.

Bei Futtermitteln mit etwa 40%, oder über 40% Rohproteingehalt nimmt man 125 ccm der 5%igen Borsäure-

lösung.

3. Zum Abdestillieren der vorhandenen Ammoniakmenge benutze man möglichst einen Destillierapparat mit Wasserkühlung; man trage besonders dafür Sorge, daß das in dem Kühler befindliche Wasser möglichst rasch zirkuliert.

Man muß nämlich nach Möglichkeit verhüten, daß sich das Destillat erwärmt, da man sonst zu niedrige Resultate

4. Das Titrieren geschieht zweckmäßig mit einer ½-n. Salzsäure; man gebraucht dabei als Indicator Methylorange, da bei Benutzung von Kongorot der Farbenumschlag meiner Ansicht nach von Rot nach Blau nicht besonders scharf ist.

Es dürfte wohl berechtigt sein, den praktischen Vorteil der Winklerschen Methode gegenüber der ursprünglichen Kjeldahlmethode besonders hervorzuheben: die Borsäuremethode ist ein rasches, quemes und dabei sehr genaue Resultate lieferndes Verfahren.

Dasselbe umgeht ferner das quantitative Einfüllen der Absorptionssäure, das langwierige und unbequeme Zurückti-trieren und schaltet somit auch einige Fehlerquellen aus.

Es war mir eine angenehme Überraschung, daß ich in meiner noch ausführlich zu veröffentlichenden Arbeit unabhängig von Winkler fast genau dieselben Maßregeln einzuhalten empfahl, wie Winkler. [A. 194.]

Angew. Chem. 27, I, 630 [1914].
 Angew. Chem. 26, I, 231 [1913].