

# CHEMISCH WEEKBLAD.

Orgaan van de Nederlandsche Chemische Vereeniging.

ONDER REDACTIE VAN

Dr. L. TH. REICHER (Amsterdam) en Dr. W. P. JORISSEN (Helder).

Uitgever: D. B. CENTEN, Amsterdam.

*Het auteursrecht van den inhoud van dit Blad wordt verzekerd volgens de Wet van 28 Juni 1881, Staatsblad No. 124.*

---

Nr. 13. Amsterdam, 28 Maart 1908. 5<sup>e</sup> Jaargang.

---

INHOUD: Dr. H. W. WOUDESTRA, Lood in drinkwater, zijne schadelijkheid en de methoden om het te bepalen. — ELISABETH VAN WEST, Over het onderzoek van bessensap. — Prof. Dr. ERNST COHEN en Dr. J. OLIE JR., Over de allotropieën van den phosphor. — Dr. G. L. VOERMAN, Koninklijke Akademie van Wetenschappen te Amsterdam. — Nederlandsche Chemische Vereeniging. — Personalialia, vacatures, industr. mededeelingen, enz. — Ontvangen boeken, brochures, enz. — Correspondentie. — Errata.

---

## Lood in drinkwater, zijne schadelijkheid en de methoden om het te bepalen

DOOR

H. W. WOUDESTRA.

### 3. De Kolorimetrische Methode.

De duidelijke kleuring, die nog in zeer verdunde oplossingen van loodzouten optreedt, na toevoeging van zwavelwaterstof aan de vooraf alkalisch gemaakte oplossing, doet vermoeden, dat de kolorimetrische bepaling van lood aan groote eischen van nauwkeurigheid zal beantwoorden. Het bleek mij, dat in een gewonen HEHNER'schen kolorimeter 0,03 mgr. lood nog eene waarneembare kleuring gaf.

De kolorimetrische methode wordt door KÜHN <sup>1)</sup> als onnauwkeurig verworpen. Anderen daarentegen, zooals G. BISCHOFF <sup>2)</sup>, LEO LIEBERMANN <sup>3)</sup>, P. CARLES <sup>4)</sup>, MAURICE LUCAS <sup>5)</sup>, E. R. BUDDEN en H. HARDY <sup>6)</sup> en T. L. TEED <sup>7)</sup> zijn van een andere opinie.

Er volge hier een overzicht der verschillende wijzen, waarop kolorimetrische bepalingen zijn verricht, eene reeks bepalingen door mij

---

<sup>1)</sup> l. c. pag. 396. <sup>2)</sup> G. BISCHOFF, Z. f. anal. Chemie 1873--75. <sup>3)</sup> LEO LIEBERMANN, Pharmac. Centr. Halle 29, 10--11. <sup>4)</sup> P. CARLES, J. pharm. et chimie (6) 12, 517--520. <sup>5)</sup> MAURICE LUCAS, Viertelj. Schrift üb. d. Fortschr. auf d. Geb. der Chemie der Nahrungs- und Genussm. 11, 139 (1896); Ref. Chem. Ztg. 20, 56. <sup>6)</sup> E. R. BUDDEN and H. HARDY, The Analyst. 19, 169. <sup>7)</sup> F. L. TEED, The Analyst. 17, 142--143; Ref. Chem. Centralbl. 1892, 2, 506.

zelve uitgevoerd, en ten slotte een vergelijkend overzicht van de fouten, die gemaakt worden bij KÜHN's volumetrische methode en bij toepassing der kolorimetrische. Men zal daaruit zien, dat met een kolorimeter naar HEHNER werkende, de resultaten zeer zeker in nauwkeurigheid niet onderdoen voor die van KÜHN's volumetrische methode, wanneer de te bepalen hoeveelheden minder dan 1 mgr. bedragen.

BISCHOFF <sup>1)</sup> bepaalt het lood kolorimetrisch in zure oplossing, hoewel hij er in 't begin van zijne verhandeling op wijst, dat veel vrij zuur het ontstaan van loodsulfide geheel kan beletten. Als bewijs hiervan voert hij aan eene proef, waarbij in 21 cc. loodacetaatoplossing, 0,01 mgr. lood bevattend en met 10 druppels sterk zoutzuur aangezuurd, geen kleuring door zwavelwaterstof optrad.

Om lood in drinkwater aan te toonen, dampt hij eene voldoende hoeveelheid in tot droog, gloeit de droogrest en trekt deze uit met weinig zoutzuur. Na filtratie wordt met ammonia zwak alkalisch gemaakt en met zoutzuur weer even aangezuurd. Door de vloeistof worden dan 30 bellen zwavelwaterstof geleid. Als bewijs der nauwkeurigheid zijner methode geeft hij aan, dat i. pl. van 0,01 mgr. lood bij eene proef 0,0096 werd gevonden.

Heel veel waarde kan aan deze mededeeling niet worden gehecht. Uit één enkele proefanalyse kan geen oordeel over zijne methode worden gevormd.

LEO LIEBERMANN <sup>2)</sup> vereenvoudigt de methode van BISCHOFF. Hij gaat uit van eene oplossing van loodacetaat, die 1 gram per Liter bevat, overeenkomende met 0,5461 gr. lood. Deze vloeistof dient als vergelijkingsvloeistof.

Twee gelijke bekeerglazen worden gevuld met 200 cc. gedestilleerd water. Daarbij voegt hij 10 cc. zoutzuur (1:3) en 20 cc. verzadigd zwavelwaterstofwater. De oplossingen worden geroerd en op wit papier geplaatst.

In het eene bekeerglas worden 3,5 cc. van de op lood te onderzoeken vloeistof gedruppeld; in het andere laat hij de oplossing van bekend loodgehalte uit een buret vloeien, zoolang tot dat in beide bekeerglazen de tint gelijk is. Tegen 3,5 cc. der eene oplossing moesten in het laatste bekeerglas 1,4 cc. der loodacetaatoplossing van bekend loodgehalte gedruppeld worden.

Dus waren in 3,4 cc. der te onderzoeken vloeistof  $1.4 \times 0,5461$  mgr. lood, d. i. 0,7645 mgr.

---

1) l. c.

2) l. c.

De te onderzoeken vloeistof was evenwel bij de proefanalysen van bekend gehalte. In 1 Liter waren 0,372 gram loodacetaat aanwezig, d. i. 0,2031 gr. lood; in 3,3 cc. dus 0,7108 mgr. De absolute fout is dus + 0.0537 mgr. of + 7.02 %.

TABEL I.

Loodac. be- rekend per Liter.	Loodac. gevonden per Liter.	Absolute hoef. Pb.		Absolute fout.	Fout in % der abs. hoef.
		ber.	gev.		
0.372 gr.	0.399 gr.	0.711 mgr.	0.765 mgr.	+ 0.054 mgr.	+ 7.59 %
" "	0.385 "	0.711 "	0.735 "	+ 0.024 "	+ 3.37 %
0.5145 "	0.499 "	0.983 "	0.953 "	- 0.030 "	- 3.05 %
" "	0.499 "	0.983 "	0.953 "	- 0.030 "	- 3.05 %
0.627 "	0.663 "	1.197 "	1.266 "	+ 0.069 "	+ 5.79 %
" "	0.685 "	1.197 "	1.308 "	+ 0.111 "	+ 9.27 %
1.040 "	1.096 "	1.986 "	2.093 "	+ 0.107 "	+ 5.39 %
" "	1.124 "	1.986 "	2.147 "	+ 0.161 "	+ 8.11 %
2.330 "	2.399 "	4.460 "	4.582 "	+ 0.122 "	+ 2.73 %
" "	2.419 "	4.460 "	4.620 "	+ 0.166 "	+ 3.72 %

Gem. fout + 4.00 %

In bovenstaande Tabel I geef ik de bepalingen van LEO LIEBERMANN weer, zooals hij ze heeft vermeld, en bovendien de absolute fouten.

Merkwaardiger wijze zijn de fouten bijna alle positief.

CARLES <sup>1)</sup> bepaalt eveneens het lood in drinkwater kolorimetrisch en zegt:

"En agissant colorimétriquement et avec une vitesse relative, on peut faire des dosages de plomb suffisamment approchés surtout en prenant pour terme de comparaison des solutions d'azotate de plomb cristallisé à 0,01 ou 0,001 par Litre."

Experimenteele gegevens vind ik evenwel niet in zijn stuk, zoodat omtrent de door hem bereikte nauwkeurigheid geen oordeel is te vellen.

MAURICE LUCAS <sup>2)</sup> bepaald lood in bronssoorten langs elektrolytischen weg en controleert zijne uitkomsten kolorimetrisch. Het als loodoxyde afgescheiden lood wordt in salpeterzuur opgelost en in deze oplossing het lood kolorimetrisch bepaald. Hij gaat daarbij aldus te werk. De

<sup>1)</sup> P. CARLES. Journ. Pharm. et Chimie [6] 12, 517-520.

<sup>2)</sup> MAURICE LUCAS. Viertelj. Schrift üb. d. Fortschr. auf. d. Geb. d. Chemie der Nahrungs- und Genussmittel. 11, 139 (1896); Ref. Ch. Ztg. 20, 56.

oplossing van het loodoxyde <sup>1)</sup> in salpeterzuur wordt met getitreerde natronloog, die uit eene buret wordt toegevoegd, geneutraliseerd en in de eene kolorimeterbuis geschonken. In de andere komen een aantal cc. loodnitraatoplossing van bekend gehalte en evenveel cc. eener natriumnitraatoplossing, als er cc. natronloog verbruikt werden bij de neutralisatie der oplossing van het loodoxyde in salpeterzuur. Natriumnitraat en natronoplossing waren aequimoleculair.

Daarna worden in beide buizen evenveel druppels kleurloos zwavelammonium gegoten en de ontstane tinten vergeleken.

Wat de methoden van HARDY <sup>2)</sup> en TEDD aangaat, omtrent deze kan ik niets vermelden. De oorspronkelijke stukken in „The Analyst” waren mij niet toegankelijk.

De factoren, die bij de kolorimetrische loodbepaling van invloed zijn op de nauwkeurigheid der uitkomsten, mogen thans besproken worden. De tint, die men in de kolorimeterbuizen waarneemt, wordt veroorzaakt door zwavellooddeeltjes in kolloidale oplossing. De grootte dezer deeltjes zal van grooten invloed zijn op de tint. Wil men dus vergelijkbare tinten in beide buizen hebben, dan dient er voor gezorgd te worden, dat de zwavellooddeeltjes in beide dezelfde afmetingen hebben. Daartoe is noodig dat ze onder zooveel mogelijk gelijke omstandigheden van concentratie, temperatuur en gehalte der oplossing aan andere bestanddeelen, speciaal elektrolyten, ontstaan. Vooral deze laatste faktor is van overwiegend belang. De coaguleerende werking door elektrolyten op kolloidale oplossingen uitgeoefend doet de deeltjes samenballen tot grootere; zijn dus in beide buizen niet evenveel van dezelfde elektrolyten in de volume-eenheid aanwezig, dan zullen de zwavellooddeeltjes niet dezelfde afmetingen bezitten. Het spreekt dus vanzelf, dat men de zwavellooddeeltjes zich tevens moet laten vormen door toevoeging van relatief gelijke hoeveelheden zwavelnatrium of zwavelammoniumoplossing.

Daar men bij loodbepalingen het loodgehalte niet van te voren kent, is men wel genoodzaakt, tenzij men in de gelegenheid is om voorproeven te nemen, *absoluut* gelijke hoeveelheden zwavelnatriumoplossing toe te voegen.

---

1) Ik vind gegeven loodoxyde. Dit zal wel loodperoxyde moeten zijn, daar het lood steeds als zoodanig elektrolytisch wordt afgescheiden. Maar 't peroxyde lost niet in  $\text{HNO}_3$  op. Hoe het lood ten slotte opgelost wordt, vind ik niet duidelijk aangegeven.

2) l. c.

Het zou wel van belang zijn na te gaan, in hoeverre verschillende zouten, in bepaalde hoeveelheden aan de loodoplossing in den kolorimeter toegevoegd, op de nauwkeurigheid van het resultaat invloed uitoefenen, dezen invloed dus quantitatief te bepalen.

Zooals vanzelf spreekt moeten stof en vuil met groote zorgvuldigheid van de oplossingen, wier loodgehalte wordt bepaald, verre worden gehouden. Daarover zal bij 't bespreken mijner bepalingen gehandeld worden. Vooraf even wel wil ik nog een belangrijken faktor behandelen, n.l. den kolorimeter. Bij mijn onderzoek gebruikte ik den HEHNER'schen kolorimeter. Deze bestaat uit 2 buizen van gelijke afmetingen, verdeeld in cc.; ongeveer  $1\frac{1}{2}$  cM. boven den bodem is aan elken cylinder een zijbuisje met kraan gesmolten. In de eene buis A werd een oplossing van bekend loodgehalte geschonken en met zwavelnatrium het lood tot zwavellood omgezet. Het volume werd dan afgelezen. In de andere buis B werd de te onderzoeken vloeistof gebracht plus evenveel zwavelnatrium als in de andere. De tint in de buis A was steeds donkerder dan die in B. Aan het zijbuisje van buis A verbond ik met een eindje caoutchoucslang een glazen reservoirtje (uit een reageerbuis met bol vervaardigd). Dit was vastgeklemd in een statiefje en kon langs de staaf daarvan op en neer worden geschoven. De kraan werd opengezet en de vloeistof stroomde in het reservoir. Door verschuiving van dit reservoir kon ik een reeks van instellingen verrichten, waarbij gelijkheid van tint in beide buizen, van boven gezien, werd waargenomen. Bovendien kon de geheele staaf, waaraan het reservoir was bevestigd, met een stelschroef op en neer worden geschroefd. Zodoende kon de instelling zeer nauwkeurig geschieden. Ik liet de tint in buis A door daling van het reservoir afnemen tot ze gelijk was aan die in B; daarna liet ik het reservoir nog meer dalen, tot de tint in A veel lichter was dan in B, en stelde nu weer in op gelijke tint door het reservoir te doen stijgen.

Op deze wijze kan men dus meerdere waarnemingen verrichten en het gemiddelde der instellingen nemen als de juiste waarde. Laat men uit buis A de vloeistof uitvloeien in een droge kolf, dan kan men ter herhaling van de bepaling de uitgelopen vloeistof weer in de buis teruggieten, maar dit geeft onnauwkeurigheid, daar er altijd iets in het glas achterblijft. Dit kan men wel naspoeien, maar men moet dan weer opnieuw aflezen, enz. Dit is dus zeer omslachtig en ten slotte wordt het volume vloeistof in buis A te groot.

Voor nauwkeurige vergelijking van de beide tinten is het zeer gewenscht de beide „beelden” vlak naast elkaar te hebben. DONNAN

heeft hiervoor eene constructie aangegeven, die door KÖHLER (Leipzig) wordt uitgevoerd. Boven elke buis staat een klein spiegeltje, dat het beeld horizontaal terugkaatst. De spiegels staan evenwijdig aan elkaar. Het beeld van de eene buis valt dus tegen den achterkant van het spiegeltje boven de andere buis. In het midden van dit spiegeltje is evenwel eene opening. Zoo ziet men dus, het oog op de juiste plaats houdende, een deel van het beeld van de eerste buis omgeven door dat van de andere. Ik stel mij voor met een dergelijken kolorimeter-nog meerdere bepalingen te verrichten. Het ligt voor de hand dat de spiegeltjes en de kolorimeterbuizen zich in een van binnen zwart gemaakt kastje bevinden. Men neemt waar door een buis met kijkertje.

Ten slotte volgen hier de loodbepalingen door mijzelven verricht.

In  $\pm 150$  cc. van loodnitraatoplossingen met 1.0, 0.9, 0.8, 0.7 etc. — 0.1 mgr. loodgehalte en met resp. 0.1, 0.2, 0.3 etc. — 1.0 mgr. ijzer werd na aanzuring met HCl gedurende een uur zwavelwaterstof geleid. Den volgenden dag werden de neerslagen van zwavellood afgefiltreerd, uitgewasschen met zwavelwaterstofhoudend water, daarna met zuiver water, en opgelost in heet salpeterzuur van 1.20 S.G. Deze oplossingen werden op het waterbad tot droog ingedampt.

Met 2 cc. verzadigde natriumacetaatoplossing en weinig water werd het residu opgelost en in de eene buis van den kolorimeter gebracht. In de andere werd een bekend aantal cc. loodnitraatoplossing van 0.1 mgr. Pb per cc. gebracht en eveneens 2 cc. natriumacetaat. Daarna werd in beide buizen water geschonken en wel ongeveer twee keer zooveel in de buis met bekend loodgehalte als in de andere.

Er werd n.l. voor gezorgd dat in de buis met bekend loodgehalte steeds 2 maal zooveel lood was als in de andere. Bij de verdunning werden dan de loodconcentraties in beide gelijk. Dit heeft ten doel te zorgen, dat de zwavellooddeeltjes in beide vloeistoffen onder gelijke omstandigheden ontstaan.

Daarna werden bij beide vloeistoffen 10 cc. eener verdunde kaliumhydroxydoplossing en 10 cc. verzadigd  $H_2S$ -water gevoegd. <sup>1)</sup>

Vervolgens werden de kleuren vergeleken en na aflezing uit de

<sup>1)</sup> Eigenlijk had bij de eene buis met het geringste loodgehalte 5 cc. van beide oplossingen moeten worden gevoegd. Maar daar men in gewone gevallen de hoeveelheid lood slechts bij benadering kent, heb ik hier dus in beide buizen 10 cc. van elk der oplossingen geschonken.

buis met bekend loodgehalte zooveel verwijderd, tot beide tinten gelijk waren.

De resultaten van 10 proeven zijn in tabel II vermeld.

TABEL II.

No.	Lood.		IJzer.	% fout.
	Ber.	Gev.		
1	1.0 mgr.	0.82 mgr.	0.1 mgr.	- 18.0 %
2	0.9 "	1.00 "	0.2 "	+ 11.1 %
3	0.8 "	0.82 "	0.3 "	+ 2.50 %
4	0.7 "	0.77 "	0.4 "	+ 10 %
5	0.6 "	-	0.5 "	-
6	0.5 "	-	0.6 "	-
7	0.4 "	0.38 "	0.7 "	- 5 %
8	0.3 "	0.28 "	0.8 "	- 6.6 %
9	0.2 "	0.25 "	0.9 "	+ 25 %
10	0.1 "	0.17 "	1.0 "	+ 70 %
11	1.0 "	0.92 "	0 "	- 8 %
12	0.9 "	0.87 "	" "	- 3.3 %
13	0.8 "	0.76 "	" "	- 5 %
14	0.7 "	0.74 "	" "	+ 5.7 %
15	0.6 "	0.65 "	" "	+ 8.3 %
16	0.5 "	0.56 "	" "	+ 12 %
17	0.4 "	0.48 "	" "	+ 20 %
18	0.3 "	0.295 "	" "	- 1.66 %
19	0.2 "	0.180 "	" "	- 5 %
20	0.1 "	0.14 "	" "	+ 40 %

Ik heb opzettelijk ijzer bij de oplossingen van loodnitraat gevoegd om te zien, hoe nauwkeurig de bepalingen werden bij de aanwezigheid van dit metaal, dat in bijna elk drinkwater voorkomt. De resultaten zijn over het algemeen iets hooger, maar toch zeer bevredigend. De twee bepalingen No. 7 en 8, die 't beste zijn, waren verricht met oplossingen, die met 3 druppels sterk HCl (38 %) waren aangezuurd. De overige zijn slechts met 1 druppel aangezuurd.

Bovendien staan in deze tabel vermeld 10 bepalingen van lood zonder tegenwoordigheid van ijzer.

De oplossingen werden met 1 druppel sterk HCl (38 %) aangezuurd, met zwavelwaterstof behandeld en verder werd op geheel dezelfde wijze als bij de 1<sup>e</sup> reeks bepalingen hun loodgehalte bepaald.

In plaats van natriumhydroxyde en zwavelwaterstofwater heb ik bij deze bepalingen eene zwavelnatriumoplossing gebruikt (praeparaat

van MERCK sulfietvrij, in uitgekookt water opgelost, een heldere, kleurloze oplossing gevend). Bij de vloeistoffen in beide kolorimeterbuizen werd 1 cc. dezer vloeistof gevoegd.

Ook de uitkomsten dezer proefanalyses zijn bevredigend.

Al deze bepalingen doen dus verwachten, dat ook wanneer het lood in zeer verdunde oplossing aanwezig is, zooals in drinkwater, het langs kolorimetriscben zeer zeker even nauwkeurig is te bepalen als langs volumetrischen weg.

Om dit nog nader te bewijzen heb ik reeksen van proefanalyses verricht, waarbij bekende geringe hoeveelheden loodnitraat in  $\pm 5$  Liter gedestilleerd water werden opgelost. Dit geschiedde door toevoëging van 25–50 cc. eener loodnitraatoplossing van 0.01 mgr. lood per cc. Vervolgens werd het lood als loodsulphide neergeslagen op de wijze, die reeds op pag. 194 is aangegeven en die ik hier voor de volledigheid nogmaals weergeef.

Eerst werden in het water  $\pm 10$  gram chloorbarium opgelost; vervolgens werd er in uitgegoten een mengsel van zwavelnatriumoplossing (8 gram in 500 c.c. water) en 25 c.c. ijsazijn. Na toevoëging van een weinig in water fijnverdeeld asbest werd een half uur geroerd. Daarna werd met een zuighevel het asbest + zwavellood op een asbest-zuigfilter getracht. Hier werd na uitwasschen met zwavelwaterstofhoudend water en ten slotte met zuiver water, het zwavellood gedurende 5 minuten met 2 c.c. sterk zoutzuur in de kou gedigereerd. Daarna werd het zoutzuur afgezogen en herhaaldelijk met kokend water uitgewasschen. Het filtraat, de oplossing van het chloorlood, werd ingedampt tot droog; het residu met twee druppels sterk zoutzuur opgelost onder toevoëging van water en de aldus verkregen oplossing gedurende 1 uur met zwavelwaterstof behandeld. Den volgenden dag werd het zwavellood afgefiltreerd, uitgewasschen en in sterk zoutzuur opgelost. Deze oplossing werd tot droog ingedampt, het chloorlood met heet water weer opgelost en de oplossing na bekoelen in den kolorimeter gebracht.

De uitkomsten dezer bepalingen vindt men in tabel IV.

In tabel III vindt men naast elkaar gesteld eenige uitkomsten door KÜHN langs volumetrischen weg gevonden. De fouten der volumetrische methode zijn zeer grillig, van  $-1$  tot  $-31$   $\%$ . Die der kolorimetriscbe zijn tamelijk constant en bijna steeds positief.

De reden daarvan is waarschijnlijk gelegen in stof, enz., dat men, trots alle voorzorgen, moeilijk kan beletten in de vloeistoffen te vallen. Vooral bij het indampen bestaat gelegenheid voor het stof om



TABEL III.

Vergelijking der fouten bij  
a. Volumetrische (KÜHN) en b. kolorimetrische loodbep.

Hoeveelh. te bepalen lood.	% fout.	Hoeveelh. te bepalen lood.	% fout.
1 mgr.	- 2 % - 1 % - 31 % - 19 %	1 mgr. 0.9 " " " 0.9 " 0.9 "	- 18 % - 8 %  + 11.1 % - 3.3 %
1.2 "	- 18.3 %		

in de schalen te goraken. Daarbij komt dat het sterke zoutzuur bij het oplossen van het zwavellood op het filter steeds papiervezels medeneemt. Ik heb bij eenige latere bepalingen getracht, door toevoeging van eenige druppels koningswater aan de oplossing van het zwavellood in zoutzuur de verontreinigingen te oxydeeren. Filtratie toch bleek mij niet aanbevelenswaardig, daar het lood in het filter sterk geabsorbeerd wordt.

TABEL IV.

Volume der oplossing.	Gevonden hoeveelh. lood.		Berekende hoeveelh. lood.		Fout in % der totale hoeveelheid lood.
	a Totaal.	b p. Liter.	a Totaal.	b p. Liter.	
5 Liter	0.45 mgr.	0.09 mgr.	0.50 mgr.	0.10 mgr.	- 10 %
" "	0.53 "	0.106 "	0.50 "	0.10 "	+ 6 %
" "	0.53 "	0.106 "	0.50 "	0.10 "	+ 6 %
" "	0.56 "	0.112 "	0.50 "	0.10 "	+ 12 %
" "	0.38 "	0.076 "	0.50 "	0.10 "	- 24 %
" "	0.53 "	0.106 "	0.50 "	0.10 "	+ 6 %
" "	0.29 "	0.0508 "	0.25 "	0.05 "	+ 16 %
" "	0.54 "	0.108 "	0.50 "	0.00 "	+ 8 %
" "	±0.05 "	0.01 "	0.00 "	0.00 "	
" "	0.00 "	0.00 "	0.00 "	0.00 "	
" "	0.19 "	0.04 "	0.25 "	0.05 "	- 24 %

In tabel IV zijn eenige getallen met een sterretje gemerkt. Deze resultaten zijn op de reeds beschreven wijze verkregen, maar in plaats van ijsazijn gebruikte ik hierbij sterk zoutzuur bij het afscheiden van het lood als loodsulphide. Het bleek mij n.l. dat bij aanzuring met azijnzuur de hoeveelheid ijzer, die uit het asbest wordt opgenomen en als FeS wordt neergeslagen, zeer groot is. Eene eenigszins volledige scheiding door zwavelwaterstof en zoutzuur is dan naderhand niet gemakkelijk, vooral bij zulke uiterst geringe loodhoeveelheden als van 0.25 mgr. in 5 Liter.

Ik gebruikte voor 8 gr. zwavelnatrium 50 c.c. sterk zoutzuur van 38 %.

Het afgescheiden loodsulphide werd met 1—2 c.c. heet, sterk zoutzuur (38 %) in oplossing gebracht. Het asbest werd uitgewasschen met kokend water en wel zoo lang, tot het totaal volume  $\pm$  125 c.c. bedroeg. Hierin werd onmiddellijk zwavelwaterstof geleid gedurende 1 uur. Den volgenden dag werd het neergeslagen loodsulphide afgefiltreerd en in 20 druppels heet sterk zoutzuur (38 %) opgelost. Deze oplossing werd ingedampt en de rest met een paar druppels koningswater op nieuw tot droog verhit. Vervolgens werd de rest in water opgelost en in den kolorimeter gebracht.

Uit de uitkomsten volgens de beschreven methode verkregen, meen ik te mogen afleiden, dat hoeveelheden lood beneden 1 mgr. op vrij bevredigende wijze kunnen worden bepaald langs kolorimetriscchen weg en dat hoeveelheden van 0.05 mgr. per Liter, zooals die in drinkwater bijv. kunnen voorkomen, zeer zeker kunnen worden bepaald. Dit kan evenwel niet volgens de volumetrische methode volgens KÜHN, zooals mij uit verscheidene proeven is gebleken.

*Zalt-Bommel*, 19 Maart 1908.

---

## Over het onderzoek van Bessensap

DOOR

ELISABETH VAN WEST.

In de literatuur der laatste tientallen van jaren vond ik weinig of niets over het onderzoek van bessensap. Het leek mij daarom niet van belang ontbloomt over dit, in ons land, zoo veel verbruikte genot-

middel een en ander mede te deelen naar aanleiding van een aantal onderzoekingen in het Gemeente-Laboratorium alhier verricht.

In de eerste plaats het „extract-gehalte”. Meer en meer wordt het bij winkeliers, en ook bij het groote publiek, gewoonte, bessensap niet anders te koopen dan onder garantie van een bepaald „extract-cijfer”, dat dan ook door een aantal fabrikanten op hun etiketten vermeld wordt. Om nu deze garantie iets meer te doen zijn dan een ijdele klank is het in de eerste plaats noodzakelijk dat het woord *extract-gehalte* een bepaalde grootheid aanduidt, onafhankelijk van den onderzoeker en van de gevolgde methode van onderzoek. Niets is minder waar; afhankelijk van de gevolgde methode worden voor eenzelfde sap de meest uiteenlopende extractwaarden gevonden.

De waarden zijn afhankelijk:

- 1<sup>e</sup>. van de temperatuur waarbij gedroogd wordt;
- 2<sup>e</sup>. van den duur van het drogen;
- 3<sup>e</sup>. van het al of niet gebruiken van eenig poreus materiaal ter opzuiging van de te drogen vloeistof;
- 4<sup>e</sup>. van de hoeveelheid van dit poreuse materiaal in verhouding tot de hoeveelheid te drogen sap.

Het lijkt dus zeer wenschelijk, of een officiële werkwijze vast te stellen, of als maat ter beoordeeling van de kwaliteit, resp. deugdelijkheid, eene andere grootheid te kiezen, die minder aan wisselingen onderhevig is.

Als zoodanig doet zich in de eerste plaats voor het soortelijk gewicht. Ik stelde daarom een onderzoek in naar het verband tusschen het soortelijk gewicht en het gehalte aan droogrest, dat eenzelfde sap vertoonde. Hierbij werkte ik op de volgende wijze ter bepaling der droogrest:

5 Gr. sap werden op een porceleinen schaalje met  $\pm$  25 Gr. uitgegloeid zand gedurende 2 uren op het waterbad gedroogd, daarna gedurende een half uur bij 105° C. in de droogstof verhit en vervolgens, na afkoeling in den exsiccator, gewogen.

Van een 158 tal monsters versch (alkohol-vrij) handelsbessensap werd op deze wijze het extractgehalte bepaald, terwijl tevens het S. G. werd gemeten door middel van den Westphal'schen balans. Door bijzondere plaatselijke omstandigheden kwam mij herhaaldelijk een sap met juist 7.5 % droogrest in handen en constateerde ik dat in de meeste dier gevallen het S. G. binnen enge grenzen om 1.036

schommelde. Dit gaf mij aanleiding om, uitgaande van de veronderstelling dat droogrest = 7.5 % en S. G. = 1.036 als bij elkaar behorende waarden beschouwd mogen worden, de volgende berekening te maken:

1°. het volume dat 1 Gr. droogrest in de vloeistof inneemt;

2°. uitgaande van dit soortelijk volume, het S. G. te vinden dat een bessensap van bepaald extract-gehalte moet bezitten.

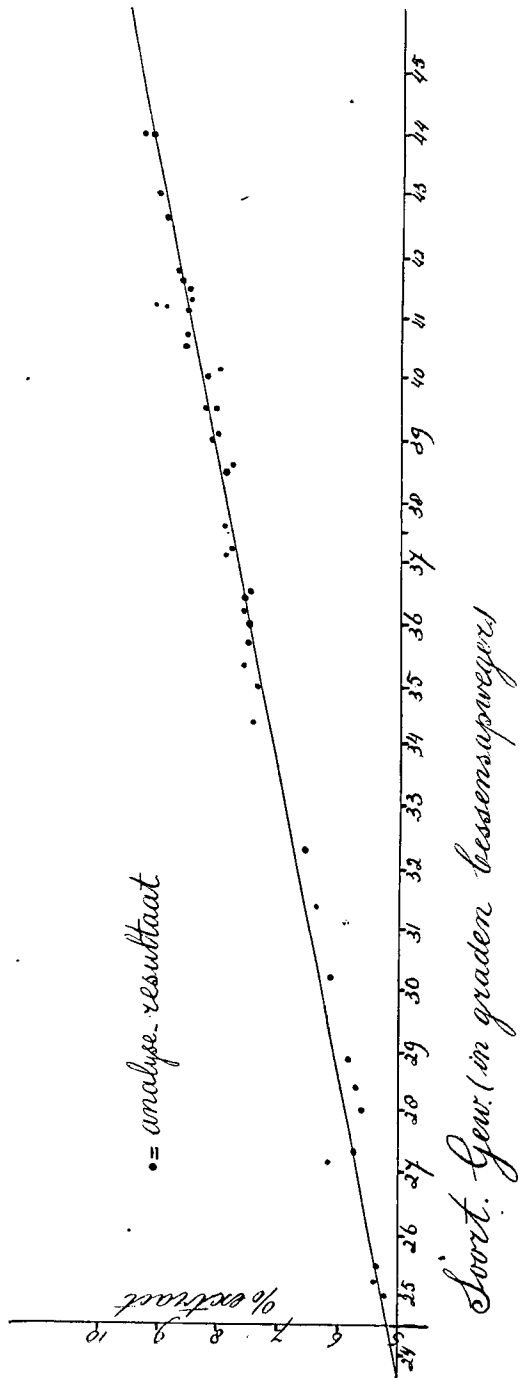
Hierbij redeneerde ik als volgt:

Bij een extractgehalte van 7.5 % wegen 100 c.c. 103.60 Gr.

Hiervan zijn  $7.5 \times 1.036$  Gr. = 7.77 Gr. extract, dus 95.83 Gr. water.

Het volume van deze 7.77 Gr. droogrest is dus 4.17 cc.; het volume van 1 Gr. dus 0.537 cc.

Noemt men het extractgehalte  $p$ , dan is:



$$\frac{100}{\text{S. G.}} = p \times 0.537 + 100 - p \quad \text{S. G.} = \frac{100}{100 - 0.463 p}$$

De aldus berekende S. G. voor extractgehalten van 1–11 %, opklimmend met 0.5 % werden in graphische voorstelling gebracht en leverden (zooals te verwachten was) een uiterst flauw gebogen lijn. De resultaten van alle onderzoekingen werden nu in dezelfde teekening gebracht en bleken, behoudens enkele uitzonderingen (vooral bij sap met zeer lage droogrest, juister mengsels van bessensap en groote hoeveelheden water), binnen vrij nauwe grenzen om deze „theoretische extractlijn” te schommelen.

Had men voor die sappen dus uitsluitend het S. G. bepaald en op de graphische voorstelling de bijbehorende extractwaarde gezocht, dan zouden in de overgrootste meerderheid dier gevallen cijfers zijn gevonden, die niet meer dan 0.5 % (meest 0.2–0.3 %) van de door droging gevonden waarden verschilden.

Moet de scheikundige bij zijn onderzoek meestal hogere eischen aan de nauwkeurigheid van zijn analyse-cijfers stellen, voor den fabrikant, meer nog den winkelier, verdient het mijns inziens aanbeveling zich door middel van de S. G.-bepaling een denkbeeld over de kwaliteit van het door hem geleverde sap te vormen; te meer nog daar deze bepaling van hem, die haar uitvoert, weinig of geen kennis eischt en zeer eenvoudig geschiedt kan door middel van een zoogenaamden „bessensapweger”, vervaardigd naar het model der SOXHLET-lactodensimeters, maar wijzende tusschen 20 en 45 graden (= S. G. 1.020–1.045). Ook bij massa-analysen, zooals die in sommige laboratoria noodig zijn, verdient het m. i. overweging zich eerst door „weging” van alle sappen te orienteeren en naar aanleiding daarvan vast te stellen, welke sappen nader zullen worden geanalyseerd.

Volgende tabel geeft een overzicht van het verband tusschen extract-gehalte en S. G., zooals dit uit de berekening volgt:

Extract %	S. G. bij 15° C.	Extract %	S. G. bij 15° C.
1	1.0047	6.5	1.0310
1.5	1.0070	7	1.0335
2	1.0094	7.5	1.0360
2.5	1.0117	8	1.0385
3	1.0141	8.5	1.0410
3.5	1.0165	9	1.0435
4	1.0189	9.5	1.0460
4.5	1.0213	10	1.0486
5	1.0237	10.5	1.0511
5.5	1.0261	11	
6	1.0286		

Eerst na afloop van dit onderzoek werd ik opmerkzaam op een publicatie van J. J. HOFMAN over de analyse van eenige monsters zelf bereid bessensap (Pharm. Weekbl., Augustus 1904), waarin ook hij wijst op het verband tusschen extract-gehalte en S. G. Zijn conclusie is dat het meten van het S. G., vooral als voorloopige bepaling, ten zeerste aanbeveling verdient.

De resultaten van zijne analyses zijn niet geheel vergelijkbaar met de waarden, die ik vond — oorzaak weer het bovengenoemde verschil in werkwijze —; toch bestaat er voldoende overeenkomst, wanneer men in aanmerking neemt, dat HOFMAN bij 100° droogt, terwijl mijn cijfers betrekking hebben op de bovenbeschreven methode. Bij het onderzoek, in hoeverre het nadrogen bij 105°, alsook de duur van dit nadrogen van invloed was, vond ik dat de schaaltes, dadelijk na de verhitting op het waterbad gewogen, aanmerkelijk hooger waarden voor droogrest gaven dan na de daaropvolgende verhitting bij 105°. Enkele cijfers kunnen dit nader toelichten:

Gedurende 2 uur op het waterbad gedroogd.		Dezelfde schaaltes gedurende 1/2 uur nagedroogd bij 105° C.	
10.08 %	10.04 %	9.12 %	9.19 %
6.02 "	6.00 "	5.60 "	5.56 "
9.00 "	8.98 "	8.40 "	8.40 "
8.19 "	8.15 "	7.45 "	7.45 "
9.16 "	9.16 "	8.90 "	8.92 "
8.02 "	8.04 "	7.50 "	7.48 "

Werd de verhitting bij 105° langer voortgezet, dan bleek gedurende  $\pm \frac{1}{4}$  uur de droogrest slechts enkele mg. af te nemen; zette ik de verhitting nog langer voort (1 à 2 uur), dan nam in sommige gevallen het gewicht weer toe.

Aangemoedigd door het goede resultaat, hetwelk de bepaling van het brekend vermogen bij melk-serum heeft opgeleverd, heb ik ook van eenige monsters bessensap de breking bij 17.5° C. in den refractometer van ZEISS bepaald, zonder evenwel tot een bevredigend resultaat te komen. Wel bleken zeer hooge refracties en zeer hooge extract-cijfers samen te gaan, evenals dit bij zeer lage het geval was, maar eene evenredige stijging der beide grootheden viel niet waar te nemen. Nog kan ik vermelden dat in alle waargenomen gevallen een breking van minder dan 12 schaaldeelen ( $N_D = 1.3456$ ) bleek samen te gaan met een extractgehalte lager dan 7.5 %.

Ik hoop later gelegenheid te hebben bij een grooter aantal monsters dit punt nader te onderzoeken.

Ook een onderzoek aangaande het electrisch geleidingsvermogen gaf mij nog geen uitkomsten, die zich tot publicatie leenen; later hoop ik ook hierop nog terug te komen.

Rotterdam, Februari 1908.

## Over de Allotropieën van den Phosphor

DOOR

ERNST COHEN EN J. OLLIE.

Bij het uitvoeren van een onderzoek over de atoomvolumina van allotrope modifikaties van verschillende elementen bij zeer lage temperaturen bleek het ons noodig de juistheid der gegevens, die over den phosphor bestaan, aan een nader onderzoek te onderwerpen.

De resultaten, die hierbij werden verkregen, zullen binnenkort in een meer uitvoerige verhandeling in de „Zeitschrift für physikalische Chemie” worden meegedeeld. Op deze plaats willen wij slechts eenige der belangrijkste uitkomsten kort vermelden.

Terwijl men tot dusverre meende, dat bij verhooging van temperatuur de snelheid, waarmede gele phosphor zich in den metallischen omzet, steeds toeneemt, hebben onze quantitatieve proeven geleerd, dat er tusschen  $450^{\circ}$  en  $550^{\circ}$  een *maximum* van snelheid bestaat, dat zich trouwens op theoretische gronden laat voorspellen, een maximum, waarvan BAKHUIS ROOZEBOOM het bestaan heeft vermoed<sup>1)</sup>.

Verder is gebleken, dat de roode handelsphosphor een vaste oplossing van den gelen in den metallischen moet zijn, een onderstelling, die, naar wij tijdens ons onderzoek vonden, reeds op grond van oudere waarnemingen door SCHENCK<sup>2)</sup> is uitgesproken.

De handelspreparaten (wij hebben die van alle (3) Europeesche phosphorfabrieken onderzocht) zijn, elk voor zich, zeer homogeen van samenstelling.

Ook op de vraag, of men, gelijk BAKHUIS ROOZEBOOM heeft gedaan<sup>3)</sup>, uit CHAPMANS<sup>4)</sup> waarnemingen mag besluiten, dat het smeltpunt van den metallischen phosphor in de nabijheid van  $630^{\circ}$  ligt, zullen wij later uitvoerig terug komen.

Utrecht, Maart 1908.

VAN 'T HOFF-Laboratorium.

1) Die heterogenen Gleichgewichte vom Standpunkte der Phasenlehre, 1, 172 (1901).

2) Zeitschr. für Elektrochemie 11, 117 (1905).

3) l. c. 171.

4) Journ. Chem. Soc. 75, 734 (1899).

Koninklijke Akademie van Wetenschappen te Amsterdam.  
Vergadering van 29 Februari 1908.

D. H. BRAUNS. „Over een gekristalliseerd d. fructosetetracetaat”.

Door behandeling van d. fructose met acetylbromide bij lage temperatuur en zuivering van het reactieproduct werd een kleurloze gekristalliseerde stof verkregen, die volgens de analyse een tetracetaat van fructose bleek te zijn. De stof is weinig oplosbaar in water, aether en benzol, oplosbaar in alcohol en chloroform en smaakt bitter; de oplossing in chloroform is linksdraaiend.

Uit het kristallografisch onderzoek, verricht door Dr. JAEGER, blijkt dat de stof hemimorf kristalliseert, en behoort tot de sfenoidische klasse van het monoklien systeem.

H. E. J. G. DU BOIS en G. J. ELIAS. „De invloed van temperatuur en magnetisatie op selectieve absorptiespectra”.

In deze verhandeling worden de veranderingen meegedeeld, die absorptiespectra door den invloed van lage temperaturen (tot die van vloeibare lucht) en in het magnetisch veld ondergaan. Onderzocht werden o.a. chroomaluin, chroomkaliumoxalaat, chroomborax, smaragd, robijn (kunstmatige), cobaltammoniumrhodanied, neodymnitraat, neodymmagnesiumnitraat, erbiummagnesiumnitraat, erbiumglas, uranyl-nitraat.

JEAN BECQUEREL en H. KAMERLINGH ONNES. „De absorptiespectra van de verbindingen der zeldzame aarden bij de temperaturen die met vloeibare waterstof te bereiken zijn en hunne verandering door het magnetisch veld”.

Onderzocht werden o.a. de veranderingen, die de absorptiespectra van xenotiem, tysoniet, didymsulfaat, neodymsilicaat en praesodymsilicaat ondergaan door zeer lage temperaturen en een magnetisch veld. Voor de inrichting der proeven en de resultaten zij naar het met teekeningen en fotografieën voorziene origineel verwezen.

G. L. V.

---

Nederlandsche Chemische Vereeniging.

*Adresveranderingen:*

Dr. P. C. J. EUWES, Oosterdijk 2, Sneek.

C. W. J. HOYER. T., Directeur der Papierfabriek „Gelderland”, Wolfkuilsche weg 193, Hees.

H. BAUCKE, *Secretaris*,  
Amsterdam, Da Costakade 104.

---



### Personalia, vacatures, industriële mededeelingen, enz.

Bij Kon. Besl. is, met ingang van 1 April, benoemd tot gewoon hoogleeraar in de microchemie en metallographie aan de Technische Hoogeschool te Delft, de Heer P. D. C. KLEY, thans buitengewoon hoogleeraar aan die hogeschool.

Prof. Dr. H. P. WIJSMAN, oud-hoogleeraar aan de Universiteit te Leiden, thans benoemd tot buitengewoon hoogleeraar aan de Universiteit te Utrecht om onderwijs te geven in de leer van het onderzoek van levens- en genotmiddelen en in de artsenijsbereidkunde, hield op 23 Maart in het Groot-Auditorium der Universiteit aldaar zijn intreedrede over: „de uitzetting der pharmacognosie”.

Dr. F. M. JAEGER, benoemd tot lector in de scheikunde aan de Universiteit te Groningen, heeft zijne colleges op 25 Maart geopend met eene openbare les, waarin hij behandelde „natuurkundige onderzoekingsmethoden in het chemisch laboratorium”.

Tot 31 Augustus a.s. is benoemd tot assistent in de mijnkunde, metallurgie en docimasie aan de Technische Hoogeschool te Delft de Heer K. J. LÖB, mijnningenieur te 's-Gravenhage.

Aan de Universiteit van Amsterdam is geslaagd voor het candidaats-examen in de scheikunde Mejuffrouw J. W. ROTGANS en aan de Universiteit te Leiden de Heer M. BRANDER.

B. en W. van Zaandam dragen den Gemeenteraad ter benoeming als leeraar in de scheikunde aan de H.B.S. aldaar voor: Dr. J. HUISINGA, te Groningen, Dr. C. P. E. MEERUM TERWOGT, te Leeuwarden en Dr. P. C. EUWES, te Amsterdam.

Met ingang van 15 April is door Mej. C. A. VAN DRIEL eervol ontslag aangevraagd uit hare betrekking van assistente aan het pharmaceutisch chemisch laboratorium der Universiteit van Amsterdam.

De 57e algemeene vergadering der Nederlandsche Maatschappij ter bevordering der Pharmacie zal gehouden worden te Alkmaar en Zaandam, den 14 en 15 Juli.

De Amsterdamsche Pharmaceutische Studentenvereniging „Luctor et Emergo” vierde den 13<sup>en</sup> en 14<sup>en</sup> Maart haar 6<sup>e</sup> lustrum. De feestelijkheden vingen aan met een vergadering in het klein-auditorium van het Universiteitsgebouw, waar een 40-tal dames en heeren, eereleden, reünisten en leden waren saangekomen.

De praeses, de Heer H. WUITE, heette de aanwezigen welkom. Het lustrum-verslag werd uitgebracht door den ab-actis, den Heer G. A. VAN SEVENTER.

Als feestredenaar trad op Prof. Dr. ED. VERSCHAFFELT, die eenige der chemische verschijnselen besprak, welke tot den geur en de kleur der bloemen aanleiding geven.

Des middags vereenigden reünisten en leden zich aan een feestmaaltijd, terwijl de volgende dag aan verschillende vermakelijkheden gewijd was.

Bij Kon. besl. is: 1<sup>o</sup> ontbonden de bij Kon. besl. ingestelde en bij Kon. besl. nader aangevulde Commissie van advies voor de oprichting van een Rijksstation voor physisch-technologisch onderzoek, welke Commissie laatstelijk bestond uit de Heeren: Dr. J. KRAUS, oud-minister van Waterstaat, te 's-Gravenhage, tevens voorzitter; Dr. L. ARONSTEIN, Hoogleeraar aan de

Technische Hoogeschool te Delft; W. K. BEHRENS, Hoogleraar aan de Technische Hoogeschool te Delft; Dr. H. E. J. G. DU BOIS, Hoogleraar aan de Rijksuniversiteit te Utrecht; Dr. A. BORGMAN, Directeur der Nederlandsche School voor Nijverheid en Handel, te Enschedé; P. VAN DER BURG, Hoogleraar aan de Technische Hoogeschool te Delft; I. FRANCO, Hoogleraar aan de Technische Hoogeschool te Delft; Dr. H. HAGA, Hoogleraar aan de Rijksuniversiteit te Groningen; J. A. SNIJDERS C.J.ZN., Hoogleraar aan de Technische Hoogeschool te Delft; Dr. H. P. WIJSMAN, Oud-hoogleraar aan de Rijksuniversiteit te Leiden; H. TER MEULEN, Hoogleraar aan de Technische Hoogeschool, te Delft, secretaris;

20. aan bovengenoemde Heeren dank betuigd voor de diensten door hen in hunne bovenvermelde functie bewezen. Bij Kon. besl. is benoemd tot Officier in de Orde van Oranje-Nassau de Heer H. TER MEULEN, secretaris van de Commissie voor de oprichting van een Rijksstation voor fysisch-technologisch onderzoek, Hoogleraar aan de Technische Hoogeschool te Delft.

*Loodwit-commissie.* Naar aanleiding van de kritiek, welke het in October 1906 aan den vorigen Minister van Landbouw door de Loodwitcommissie uitgebrachte Voorloopig Rapport heeft uitgelokt, is door de commissie een tweede rapport samengesteld, waarin eenige aanvankelijk verkregen resultaten van haren arbeid worden medegeedeeld en overigens aan de bedoelde kritiek voor zooveel noodig aandacht wordt geschonken.

Hoewel ook thans nog geen eindoordeel kan worden uitgesproken, is de tegenwoordige Minister van Landbouw met de commissie van oordeel, dat het zijn nut kan hebben ook de in haar tweede rapport vervatte beschouwingen te publiceeren, voordat het eindrapport het licht ziet.

Dit tweede voorloopig rapport is thans verschenen.

(N. R. C.)

### Ontvangen boeken, brochures, enz.

- A. J. J. VANDEVELDE, Ueber die hämolytische Wirkung von Digitalin und Strophantin; Sonderabdruck aus „Ztschr. f. d. Gesamtgebiet der Medizin und ihrer Hilfswissenschaften 1907, No. 21.  
A. J. J. VANDEVELDE, Recherches sur les hémolysines chimiques (3<sup>e</sup> communication), Bull. soc. chim. de Belg. 21 (1907).

### Correspondentie.

K. te H. Zie voor de bereiding van *chloorkalk*, ook in „mechanische apparaten” V. HÖBLING, Die Fabrikation der Bleichmaterialien, Berlin, JULIUS SPRINGER, 1902.

R. te M. Over *Oxylith* (dat bestaat uit natriumperoxyde, waaraan geringe hoeveelheden van een nikkelf- of koperzout zijn toegevoegd) vindt U, naar wij meenen, de eerste mededeeling van JAUBERT in de Compt. rend. 134, 778 (1902). Patenten die daarop betrekking hebben, zijn sedert gerefereerd in het Chem. Central-Blatt.

O. te D. Het Zeitschr. f. öffentl. Chem., Jaargang 9, bevindt zich in de Bibliotheek van de Kon. Akad. van Wetenschappen te Amsterdam.

### Errata.

Blz. 204, regel 16 v.o. staat: 0.5%, lees: 0.05%.

Blz. 205, regel 13 v.b. staat: „convergentie van de verhoudingen der soortelijke gewichten”, lees: „convergentie der soortelijke gewichten”.