

durch den unteren seitlichen Tubus in den mit Bimsteinstücken gefüllten Cylinder *B*, wird durch die aus einem Tropftrichter herabtropfende Kalilauge oder alkalische Bleilösung von etwa vorhandenen Schwefelverbindungen befreit und dann durch einen Gummischlauch nach *A* weiter geleitet. Der Deckel des oberen Theils von *A* hat eine kreisrunde Öffnung, durch welche die Brenneröhre einige Centimeter hoch hindurchragt, und trägt eine Vorrichtung mit Quecksilberverschluss für den Glasylinder *C*. Von diesem führt ein oben angeschmolzenes, U-förmig gebogenes Rohr abwärts und ist durch einen Glasschliff mit einem in den Absorptioncylinder *D* mündenden Rohre verbunden. Letzteres geht durch den in den Hals von *D* eingeschliffenen Glasstopfen hindurch und erweitert sich zu einem unten geschlossenen Cylinder, in welchen am Ende eine Reihe kleiner Löcher gebohrt sind. Von dem letzten Absorptioncylinder führt ein Gummischlauch zu einer Wasserstrahlpumpe. Die drei Cylinder werden mittels je dreier Flügelschrauben auf einem Brette befestigt. Als Absorptionsflüssigkeit werden in jedem Cylinder 20 cc einer 5-proc. Lösung von Kaliumcarbonat verwendet, welchem man in den beiden ersten Cylindern noch einige Tropfen Brom hinzufügt, damit vorhandene Schwefligsäure zu Schwefelsäure oxydirt werde.

Diese Verfahren erfüllen ihren Zweck ja ganz gut, sie erfordern aber eine Wasserstrahlluftpumpe und dementsprechende Betriebsaufsicht. In der Regel sind daher die Apparate von Lethby (Chem. N. 1863 Nr. 167; Jahresb. 1863 S. 720), Sillimann (Engineer 1877 S. 101) und F. Fischer (Jahresb. 1882 S. 1111) vorzuziehen. Da letztere Vorrichtung wohl am einfachsten und in jedem Laboratorium leicht herzustellen ist, so möge sie hier kurz erwähnt werden.

Das genau gemessene Gas wird zu dem auf einer kleinen Platte befestigten Glasrohr *b* (Fig. 17) geführt, über dessen Ausströmungsspitze

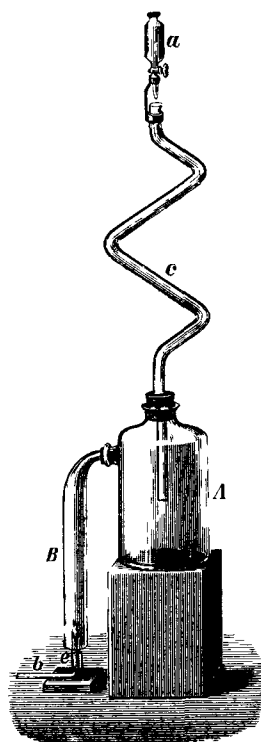


Fig. 17.

ein weiteres Glasrohr *e* in einem einfachen Halter verschiebbar angebracht ist, so dass die ganze Vorrichtung einen gläsernen Bunsen'schen Brenner darstellt. Die Gaszufuhr wird so geregelt, dass stündlich 15 bis 20 l zur Verbrennung kommen. Über dem mehrfach gebogenen Rohre *c* ist ein kleines Tropfgefäß *a* mittels eines Halters befestigt, aus welchem man eine, unter Abkühlen hergestellte Lösung von 2 Th. schwefelsäurefreiem Kali, etwa 15 Th. Wasser und 1 Th. Brom so langsam eintropfen lässt, dass stündlich etwa 2 cc derselben in dem Rohre *c* herunterfließen, um auch die letzten Reste der gebildeten Schwefelsäure und Schwefligsäure aus den aufsteigenden Verbrennungsgasen zu lösen. Sind so etwa 100 l Gas verbrannt, so nimmt man die Rohre *B* und *c* ab, spült dieselben mit etwas Wasser aus, bringt den Inhalt der Flasche *A* sammt Waschwasser in einem Becherglase zum Sieden, säuert mit Salzsäure an und fällt in bekannter Weise mit Chlorbaryum.

Die Bromkalilösung kann man durch schwefelsäurefreies Wasserstoffsperoxyd unter Mitverwendung von wenig Ammoniakflüssigkeit ersetzen. Ebenso kann man statt des Gläschens *a* jede passende Tropfvorrichtung verwenden. Ist die umgebende Luft nicht frei von Schwefelsäure und Schwefelwasserstoff, so wird die ganze Vorrichtung höher gestellt und der Zwischenraum bei *e* in zweckentsprechender Weise geschlossen, so dass nur, durch mit concentrirter Kalilauge befeuchteten Bimstein gegangene Luft Zutreten kann.

F.

Brennstoffe.

Leuchtkörper für Incandescenzbrenner. Nach C. Auer v. Welsbach in Wien (D.R.P. No. 41 945) lässt sich das Lichtausstrahlungsvermögen der früher (Z. 1, S. 307) beschriebenen Glühkörper durch Beimischung von Thoriumoxyd ausserordentlich erhöhen. Am besten leuchtet ein Gemisch von Thoroxyd, Zirkonoxyd und Lanthanoxyd; 0,1 g dieses Glühkörpers soll mit 70 l Leuchtgas stündlich nahezu 40 Kerzen geben. Folgende Mischungen werden empfohlen:

Glühkörper für weisses Licht.

1. Reines Thoroxyd (Th O_2).
In der Glühhitze ist dieser Körper starr.
2. 30 Proc. Thoroxyd (Th O_2),
30 - Zirkonoxyd (Zr O_2),
40 - Yttriumoxyd ($\text{Y}_2 \text{O}_3$).
Dieser Körper gibt gelbweisses Licht
3. 30 Proc. Thoroxyd (Th O_2),
30 - Zirkonoxyd (Zr O_2),
40 - Lanthanoxyd ($\text{La}_2 \text{O}_3$).

Dieser Körper strahlt das intensivste und schönste Licht von allen hier angeführten Glühsubstanzen aus, er ist in der Glühhitze biegsam.

1. 40 Proc. Thoroxyd (Th O_2).
- 40 - Lanthanoxyd ($\text{La}_2 \text{O}_3$).
- 20 - Magnesia (Mg O).

In der Glühhitze biegsam.

Für gelbes Licht.

5. 50 Proc. Thoroxyd (Th O_2),
 - 50 - Lanthanoxyd ($\text{La}_2 \text{O}_3$).
- Lanthanoxyd kann in vorstehenden Körpern durch die Yttererden (Oxyde der Yttriummetalle), durch wenig cer- und didymhaltige Cererden ersetzt werden.

Für orangefarbenes Licht.

6. 50 Proc. Thoroxyd (Th O_2),
- 50 - Neodymoxyd ($\text{Nd}_2 \text{O}_3$).

In ähnlicher Weise auch:

7. 50 Proc. Thoroxyd (Th O_2),
- 50 - Praseodymoxyd ($\text{Pr}_2 \text{O}_3$).

Für grünliches Licht.

8. 50 Proc. Thoroxyd (Th O_2),
- 50 - Erbin (Gesamtbezeichnung für die Erbinenelemente).

In den 4 letzten Mischungen kann Thoroxyd theilweise durch Zirkonoxyd vertreten werden. Das Licht solcher zirkonhaltigen Glühkörper ist mehr in Weiss abgetönt. Alle diese Glühkörper sind unter einander in vielen Verhältnissen mischbar.

Das Scandiumoxyd und Zirkonoxyd gibt prachtvoll weisses, intensives Licht, und die Glühwirkung dieser Verbindung steigt in ähnlicher Weise wie bei Yttriumoxyd beträchtlich durch Beimischung von Thoroxyd. Die moleculare Mischung dieser und der folgenden Stoffe ist natürlich vorausgesetzt. Der technischen Anwendung näherliegend sind die Verbindungen des Ytterbiumoxyds. Auch diese zeichnen sich durch ausserordentlichen Glanz und durch grosse Feuerbeständigkeit aus.

Die Verbindungen des Thuliumoxyds und des Erbiumoxyds geben schön grünes Licht, auch Holmiumoxyd gibt farbiges Licht. Terbiumoxyd und Zirkonoxyd geben sehr starkes fast weisses Licht. Stärkere Hitze erfordern folgende Mischungen für weisses Licht:

9. 60 Proc. Thoroxyd (Th O_2),
 - 40 - Magnesia.
- In der Glühhitze ist dieser Körper biegsam.
10. 60 Proc. Thoroxyd,
 - 20 - Magnesia,
 - 20 - Aluminiumoxyd.
- Sintert stärker als die übrigen, jedoch in der Glühhitze leicht biegsam.

Allgemein sollen Magnesia und Thonerde haltige Mischungen nicht jene lange Brenndauer haben, welche die übrigen Glühkörper (angeblich) in so hohem Grade auszeichnet. Für heisse Flammen (z. B. Wassergas) sollen

auch stark ceroxydhaltige Mischungen verwendbar sein.

Praseodym und Neodym färben das Licht tief orange gelb. Erwähnt werden ferner die Niobate, Tantalate, Titanate, Silicate und Phosphate von Thorium, Zirkon und Magnesium.

Zur Herstellung des Mantels (vgl. Z. 1, S. 307) wird durch Ineinanderlegen und Vernähen zweier röhrenförmigen Gewebe ein aus zweifacher Gewebelage bestehender Mantel erhalten. Derselbe wird in gleicher Weise wie der einfache der Tränkung unterzogen. Der daraus gebildete Erdenmantel bietet der Flamme eine grössere Oberfläche und ist widerstandsfähiger als ein einfacher Mantel. Der obere, am Bügel zu befestigende Theil des Mantels kann mechanisch dadurch verstärkt werden, dass man das Gewebe an jener Stelle doppelt nimmt und vernäht, so dass dieser bei Erschütterungen am meisten beanspruchte Theil nunmehr eine vierfache Gewebelage aufweist. Da aber dadurch an jener Stelle, an welcher der Übergang von der vierfachen auf die zweifache Lage stattfindet, leicht ein Abbrechen des abgebrannten Mantels erfolgt, ist es sehr empfehlenswerth, den umzulegenden Theil des Gewebes derart vorzubereiten, dass die eine Lage des Gewebes über die zweite mehrere Centimeter vorstehe und in diesen vorstehenden Theil Zapfen eingeschnitten werden. Wird nun das Gewebe an seinem oberen Rande nach innen umgelegt, so reichen die Zacken des länger geschnittenen Gewebetheiles tiefer in den Mantel hinein. In diesem Zustande werden nun die beiden Gewebe mit einander vernäht, so zwar, dass die Spitzen der Zacken an den Mantel angenäht werden. Diese Art von Verstärkung jener bei Erschütterungen am meisten beanspruchten Theile des Mantels ist namentlich von Vortheil bei Anwendung gestrickter Mäntel, nur werden zu diesem Behufe Zacken von gewebten Mänteln mit den gestrickten vernäht. Es wird in allen Fällen durch dieses Verfahren eine zonenmässige Abgrenzung der Festigkeit des Erdenmantels vermieden. — Die Tränkung des Mantels wird wie früher angegeben (Z. 1, S. 308) ausgeführt.

Zur Veraschung wird der an seinem Bügel befestigte, völlig fertiggestellte Mantel in jener Lage, in welcher der Glühkörper in der Lampe befestigt wird, an seinem oberen Theile angezündet; der Mantel brennt allmählich ab, und ist hierbei nur zu beachten, dass das gleichmässig von Statten geht. Nach dem Veraschen wird der Mantel über der Flamme mit Hilfe eines Platindrahtes ausgerichtet, wodurch es ermöglicht wird, dem Mantel eine tadellose

Form zu geben. Die oberen Theile des Mantels werden, um die Fixirung gut einzubrennen, kurz durch die Gebläseflamme zum Sintern gebracht. Es ist nun vortheilhaft, den Mantel in der Flamme etwa 1 Stunde einbrennen zu lassen, um ihn in jene Form zu bringen, welche er bei späterer Benutzung beibehält.

Da ein veraschter Mantel sehr zart und ziemlich leicht zerstörbar ist, wenschon gestrickte Mäntel sogar angefasst und durch gelinden Druck deformirt werden können, ohne zerstört zu werden, so hielte dennoch ein solcher Glühkörper einen grösseren Transport, besonders bei ungleichen und heftigen Stößen, nicht aus. Wird ein solcher veraschter Mantel jedoch mit einer nicht spröden, vollkommen leicht verbrennbaren Substanz überzogen, welche die Verschiebung der einzelnen Theilchen nur innerhalb ihrer Elasticitätsgrenze gestattet, so kann der Glühkörper auch im veraschten Zustande (angeblich) ohne Gefahr jeden Transport aushalten.

Zur Herstellung dieses Überzuges wird der fertig veraschte Mantel für einen Augenblick in eine sehr verdünnte Kautschuklösung oder in Collodium o. dgl. getaucht und dann langsam getrocknet. Im ersten Augenblick des späteren Glühens des Mantels wird dieser Überzug durch die Flamme vollkommen zerstört und der Glühkörper bleibt in seiner ursprünglichen Gestalt zurück.

Es ist von Vortheil, die Gasausströmung in dem für Gasglühlicht bestimmten Brenner aus einer Öffnung in papierdünner Düsenplatte anzuordnen, zum Unterschiede gegen die gewöhnlichen Bunsen'schen Brenner, deren Düsenöffnung in 0,5 bis 1 mm dicker Platte ausgebohrt ist. Es gewährt dies den Vortheil, dass der Gasdruck vollkräftig bleibt und eine vollkommene Mischung zwischen Gas und Luft erzielt wird.

(Sind diese Angaben richtig — und die bisherigen Erfahrungen mahnen recht sehr zur Vorsicht vgl. J. 1887 S. 135 — so würden die so verbesserten Brenner namentlich für die Beleuchtung mit Wasser gas — Z. 2 S. 162 — bedeutungsvoll werden, wenn es gelingt, diese seltenen Erden in genügender Menge und zu entsprechenden Preisen zu liefern. F.)

Lichtmessung. Die Nothwendigkeit, Helligkeitsmessungen nicht nur in der wagrechten, sondern auch in anderen Richtungen zu machen, wurde namentlich fühlbar bei der Prüfung elektrischer Bogenlampen¹⁾,

¹⁾ Vgl. F. Fischer, Chemische Technologie der Brennstoffe (Braunschweig) S. 358.

neuerdings aber auch für die Gasbeleuchtung, besonders für die umgekehrten (invertirten) Brenner (vgl. S. 19). Um dieses zu ermöglichen, muss man entweder Spiegel anwenden (vgl. Z. 2 S. 205 u. 214) oder den Photometerschirm so drehen, dass er in der Halbiringlinie des Winkels stehe, welchen die zu untersuchenden Strahlen einer Lampe mit den wagrechten Strahlen einer Vergleichslichtquelle bilden.

Das hierfür bestimmte sog. Radialphotometer von W. J. Dibdin (J. Ch. Ind. 1884 S. 277; 1885 S. 250) besteht aus zwei senkrechten Trägern, von denen der eine fest mit dem Grundbrette verbunden ist, während der zweite mittels Rollen auf dem Grundbrett seitlich verschoben werden kann. Die beiden Träger sind durch eine Stange mit einander verbunden, deren beide Enden sich um wagrechte Achsen drehen und mit diesen in den senkrechten Schlitzten der beiden Träger sich verschieben lassen. Die Enden dieser Stange können ferner in jeder Höhenlage festgestellt werden. An jedem dieser Enden befindet sich ein Theilkreis, welcher mit auf und nieder beweglich ist. Der Kreis an dem festen Träger ist in Grade getheilt, der zweite Kreis an dem beweglichen Träger in halbe Grade, welche aber wie ganze numerirt sind, so dass also ein und dieselbe Zahl von Graden auf dem zweiten Kreise genau dem halben Winkel entspricht wie auf dem ersten. An dem ersten Kreise liest man die Neigung der Verbindungsstange oder diejenige der von der zu prüfenden Flamme auf den Photometerschirm fallenden Strahlen gegen die Horizontale ab. Auf dem zweiten Kreise ist der Photometerschirm drehbar angebracht und dieser wird bei der Messung mit dem daran befindlichen Zeiger auf dieselbe Zahl gestellt, welche man an dem ersten Kreise abliest. Dann ist der Photometerschirm also um die Hälfte des Neigungswinkels der Verbindungsstange gegen die Horizontale geneigt und wird von Strahlen, die einerseits von der vor dem Kreise an dem festen Träger stehenden, zu untersuchenden Lampe, andererseits von der auf einem horizontalen, an dem beweglichen Träger befestigten Arm verschiebbaren Vergleichsflamme auf ihn fallen, unter dem gleichen Winkel getroffen.

H. Krüss (J. Gasbel. 1887 S. 1145) empfiehlt nun, eine Vorrichtung anzubringen, durch welche sich der Photometerschirm von selbst in die Halbiringlinie des Winkels einstellt, welchen die bewegliche Verbindungsstange und der feste wagrechte Arm, an welchem sich die Vergleichsflamme verschiebt, mit einander bilden. Der

zweite Theilkreis ist dann vollständig überflüssig.

Es sei AC (Fig. 18) die bewegliche Ver-

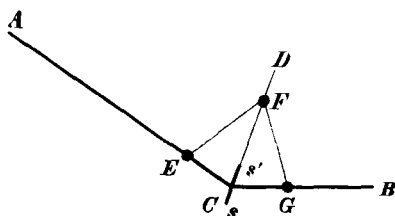


Fig. 18.

bindungsstange der beiden Träger des Diddin'schen Radialphotometers und CB der feste wagrechte Arm, auf welchem die Vergleichslichtquelle verschoben wird. Der Photometerschirm befindet sich in ss_1 und ist also um den Punkt C drehbar. In der Verlängerung des Photometerschirmes und fest mit demselben verbunden ist die Stange CD . In gleichen Entfernungen von C sind an der Stange AC und dem Träger CB die gleich langen Stangen EF und GF angebracht, welche bei F derartig mit einander und mit der Stange CD verbunden sind, dass sie mit ihren Endpunkten F an der Stange CD beweglich sind. Die Folge dieser Anordnung wird sein, dass bei einer Drehung der Stange AC um einen bestimmten Winkel die Stange CD und mit derselben der Photometerschirm ss_1 sich um den halben Winkel drehen wird, so dass sich der Photometerschirm bei jeglicher Stellung der Verbindungsstange AC in der Halbierungslinie des Winkels ACB befindet.

Hüttenwesen.

Pyrochemie des Silbers. W.M. Hutchings (Eng. Min. J. 44 S. 396) entnahm der Seite eines Abtreibofens Steine von einer Stelle, wo während der Arbeit Rothglut geherrscht hatte, welche nicht stark genug gewesen war, die Oberfläche derselben zu schmelzen. Von den Steinen wurden, nachdem sie von anhängenden Unreinigkeiten befreit waren, Schichten von 3 — 4 — 5 und 10 mm Dicke abgekratzt und untersucht. Dieselben enthielten 0,225 — 0,032 — 0,003 und 0,001 Proc. Silber nebst 1,5 und 0,25 Proc. Blei. Steine eines zweiten Ofen ergaben in gleicher Weise behandelt 0,23 und 1,25 Proc. Silber.

War die Oberfläche der Steine geschmolzen, so enthielt nur die Glasur etwas Silber, während der übrige Theil der Steine silberfrei war. Je weiter die Steine von der Feuerung entfernt sind, je weniger Silber enthalten dieselben.

Beim Abtreiben einer Legirung von Silber und Kupfer wurden über 6 Proc. Silber in den Steinen aufgefunden, während der Kupfergehalt nur ganz gering war. Die Steine waren aussen durch Kupferoxyd schwarz gefärbt, im Innern waren sie grün, aber in keiner Weise sonst verändert. Hutchings meint, dass der grösste Theil des gefundenen Silbers, wenn nicht alles, sich während des Treibprocesses verflüchtigt hat und in Berührung mit den Steinen oxydirt worden ist. Das Silberoxyd verbindet sich wahrscheinlich mit den Silicaten oder der freien Kieselsäure der Steine und dringt so allmählich in das Innere der Steine ein.

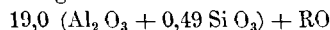
Entzinnung der Weissblechabfälle. Nach E. Donath und F. Müllner (Ber. österr. G. 1887 S. 329) lassen sich 100 k Weissblechabfälle bei gewöhnlicher Temperatur mit einem Gemisch von 20 k roher Salzsäure, 2 k concentrirter Salpetersäure und 20 k Wasser entzinnen.

Glas, Thon, Cement.

Thonschiefer von Neurode (Grafsch. Glatz) hatte nach Jul. Aron (Thonzg. 1887, S. 581) folgende proc. Zusammensetzung:

| | |
|-------------|-------|
| Kieselsäure | 55,73 |
| Thonerde | 42,69 |
| Eisenoxyd | 0,37 |
| Kalk | 0,28 |
| Magnesia | 0,23 |
| Kali | 0,50 |
| Glühverlust | 0,43 |

Hiernach erweist sich der Neuroder Thonschiefer als ein sehr thonerdereiches, flussmittelarmes Material, dessen Zusammensetzung sich nach der Berechnungsweise von Bischof folgendermassen ausdrückt:



woraus sich als Feuerfestigkeitsquotient die Zahl 12,8 ergibt, die der für die erste Klasse der Feuerfestigkeitsscala von Bischof nahezu gleichkommt.

Verarbeitungsfähigkeit des Glases vor dem Gasgebläse. Während verschiedene Glasarten schon bei kurzem Erwärmen in der Flamme auf der Oberfläche matt und rauh werden, zeichnet sich das in den Hütten des Thüringer Waldes angefertigte Glas dadurch aus, dass es sehr häufig wiederholtes Erweichen und Erhärten, Aufblasen und Zusammenschmelzen ohne Änderung erträgt. Man schreibt diese Eigenschaft dem verwendeten Sande aus der Nähe des Dorfes Martinsroda zu. Nach O. Schott (Verh. Gewerbfl. 1887, S. 799) besteht derselbe aus:

| | |
|-------------|-------------|
| Kieselsäure | 91,38 Proc. |
| Thonerde | 3,66 |
| Eisenoxyd | 0,47 |
| Kalk | 0,31 |
| Magnesia | Spur |
| Kali | 2,99 |
| Natron | 0,50 |

Ein damit hergestelltes Glas:

| | |
|-------------|-------------|
| Kieselsäure | 67,74 Proc. |
| Thonerde | 3,00 |
| Eisenoxyd | 0,42 |
| Kalk | 7,38 |
| Magnesia | 0,26 |
| Manganoxyd | 0,52 |
| Kali | 3,38 |
| Natron | 16,01 |
| Arsensäure | 0,24 |

Auch hier zeigt sich der dem Sande entsprechende Thonerdegehalt, der durch Aufnahme aus der Wandung des thonigen Schmelzgefäßes noch erhöht ist.

Es wurden nun unter Benutzung reinen Quarzsandes verschiedene Gläser geschmolzen ohne und mit einem dem obigen annähernd entsprechenden Gehalt an Thonerde. Dabei zeigte sich, dass die ersteren die Behandlung der Lampenverarbeitung bequem gestatteten, während die letzteren hierin viel zu wünschen übrig liessen. Auch im Grossen wurde die hierdurch gewonnene Erfahrung bestätigt und durch Zusatz von Feldspath oder reiner Thonerde zu einem Glassatz immer die in Rede stehende Verarbeitungsfähigkeit des Glases erreicht.

Die Möglichkeit der Lampenbearbeitung des Glases ist aber nicht allein an das Vorhandensein von Thonerde geknüpft; denn auch gewöhnliches Krystallglas gestattet diese Behandlung, wenn auch in weniger ausgiebiger Weise, und vor Allem mit der Erschwerniss, dass die geringste Unvorsichtigkeit, durch welche das glühende Glas in den reducirenden Theil der Flamme geräth, wegen Reduction von Bleioxyd zu metallischem Blei eine Schwärzung zur Folge hat.

Schott vermuthet, dass die Thonerde eine Verflüchtigung der Alkalien in den äussersten Schichten des Glases, welche das Matt — bezüglich Krystallischwerden veranlasst — wenn auch nicht ganz beseitigt, so doch erheblich abschwächt.

Bei manchen mit höherem Procentsatz von alkalischen Erden versehenen Glassorten hat derselbe mehrfach beobachtet, dass deren Neigung zum Krystallisiren bezüglich Entglasen mit Zusatz von Thonerde bedeutend abnahm. Es wäre denkbar, falls das Mattwerden vor der Lampe nicht, wie vermuthet, in einer Verflüchtigung von Alkali aus den äussersten Schichten beruht, sondern als beginnendes Krystallisiren anzu-

sehen ist — dass die Thonerde einen hemmenden Einfluss nach dieser Richtung ausübt.

Apparate.

Auslaugeapparat. Nach P. Bössneck (Chem. Ztg. 1887, S. 1600) ist der 500 cc-Kolben *A* (Fig. 19) mit der etwa 350 cc fassenden Flasche *B* durch einen doppelt durchbohrten Kork verbunden. Das etwa 1 cm weite Glasrohr *C* ist oben seitwärts gebogen, damit es beim Einfüllen der Probe nicht verstopft wird. Das im Kühler *D* verflüssigte Lösungsmittel durchdringt die auszulaugende Probe; die Lösung fliesst vom Boden der Löseflasche *B* nach *A* ab durch das enge Rohr *E*, über welches ein etwas weiteres, oben geschlossenes, unten schief abgeschnittenes Glasrohr *F* gestülpt worden ist. Ein Baumwollpfropf an der unteren Oeffnung verhindert das Eindringen fester Stoffe und veranlasst zugleich, dass sich nicht Theile des betreffenden Stoffes am Boden absetzen, welche unausgelaugt bleiben würden. Hat der Flüssigkeitsspiegel in *B* das obere Ende von *E* erreicht, so füllt sich dieses Rohr und zieht als Heber die Lösung nach *A*, zunächst natürlich den concentrirtesten Theil, während das eben erst verflüssigte Lösungsmittel den auszulaugenden Stoff nachwäscht. Hat sich nun durch Verdampfen des Auszuges in *A* genügend Flüssigkeit in *B* angesammelt, so beginnt das Spiel des Heberns von Neuem.

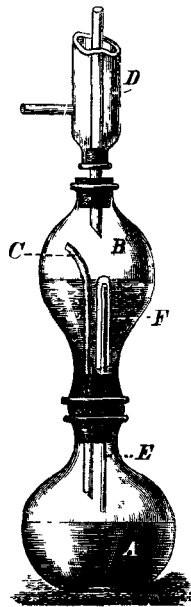


Fig. 19.

Durch Hinauf- bez. Herunterschieben des Röhrchens *E* kann die Flüssigkeitshöhe in *B*, welche sich nach der Menge des zu extrahirenden Stoffes richtet, natürlich beliebig geregelt werden.

Bei Auslaugungen (Extractionen) mit Äther wird man die hebernde Wirkung des Rohres *E* vermeiden, da sonst beim Herabfließen des Auszuges ein zu heftiges Aufkochen der Flüssigkeit in *A* stattfindet und leicht ein feuergefährliches Übersieden eintreten kann. Benutzt man in diesem Falle statt des Rohres *F* ein solches, welches oben offen ist, so gelangt die Flüssigkeit vom Boden des Behälters aus nur ganz allmählich, in Tropfen, nach *A*. (Der Apparat

kann von Greiner & Friedrichs in Stützbach bezogen werden.)

Fettbestimmung. Zum Auslaugen des Fettes aus Futtermitteln u. dgl. verwendet O. Förster (Z. anal. 1888, S. 30) ein 50 bis 70 cc fassendes Gläschen *A* (Fig. 20), in dessen Mündung das untere Ende des 3 cm weiten und 19 cm langen Rohres *B* eingeschliffen ist und in dessen oberer Mündung wieder der Kühler *D*. Das bis zur unteren Verengung etwa 15 cm lange und 22 mm weite Filterrohr hat an einigen Stellen nach aussen verdickte Wandungen, damit in dem Zwischenraum zwischen *B* und *C* die Ätherdämpfe aufsteigen können. In das Rohr *C* kommt erst ein Pfropf entfetteter Baumwolle *b*, dann die auszulaugende Probe und darauf nochmals Baumwolle *a*. Der Dampf des in *A* siedenden Äthers steigt in dem Zwischenraum zwischen *B* und *C* nach dem Schlangenrohr des Kühlers *D* hinauf, wo derselbe verflüssigt wird, so dass der Äther von diesem auf die in *C* befindliche Probe hinabtropft.

Da die Temperatur der letzteren durch den Ätherdampf fast bis zum Siedepunkt des Äthers erwärmt wird, so erfolgt die Auslaugung leicht und in kürzester Zeit vollständig bei möglichst geringem Ätherverbrauch. Die ätherische Fettlösung tropft nach *A* zurück, in welchem das Fett nach beendigter Auslaugung und nach Verflüchtigung des Äthers gewogen wird.

Schmelzofen. Eine Abänderung des Reichhelm'schen Gasschmelzofens für Gold und Silber geben Torrey & Eaton (Eng. Min. J. 44, S. 412). Leider ist von dem Ofen nur die äussere Ansicht gegeben, so dass die Einrichtung des Brenners nicht ersichtlich ist.

Thermometer. Zu Vorlesungsversuchen empfiehlt S. Young (Chem. No. 56, S. 261) das Fig. 21 abgebildete Luft- und Ätherthermometer. Der Behälter *a* enthält Luft, welche durch Äther abgeschlossen ist. Die Kugel ist 17 mm, die Röhre 2,8 mm weit. Die Länge des Behälters *a* beträgt 130 mm und die der Thermometerröhre 700 mm. Das an dieser Röhre befindliche obere Gefäss ist gross genug um den aus der Röhre tretenden Äther — bis 24° — aufzunehmen.

Dem Äther wird eine kleine Menge Alkohol zugesetzt, damit er durch Anilin gefärbt werden kann. Die Empfindlichkeit wird durch diesen geringen Zusatz nicht beeinflusst.

Zur Feststellung der Gradpunkte bringt man den Ätherbehälter in Wasser von der betreffenden Temperatur und bezeichnet den Ätherstand neben der Röhre. Da die Röhre oben offen ist, so werden die Resultate durch den Luftdruck beeinflusst: es ist daher vorthellhaft dieselbe mit einem Gefäss zu verbinden, in dem sich Luft unter gleich bleibendem Druck befindet.

Festigkeitsbestimmung von Faserstoffen. Zur Bestimmung der Dehnbarkeit und Festigkeit von Papier, Gespinnsten und Geweben wird nach W. Frenzel in Dresden (D.R.P. No. 41220) die Probe mit je einem Ende in eine der beiden Spannvorrichtungen *c* und *d* (Fig. 22) so eingespannt, dass der zwischen den Spannvorrichtungen liegende Theil gespannt ist: *c* ist mit der Waageschale, *d* mit dem Gestell der Waage verbunden. Im Gefäss *m* befindet sich das Wägemittel, welches entweder aus Schrot-

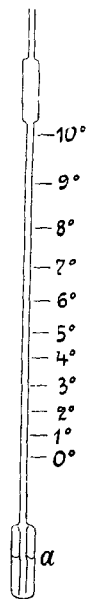


Fig. 21.

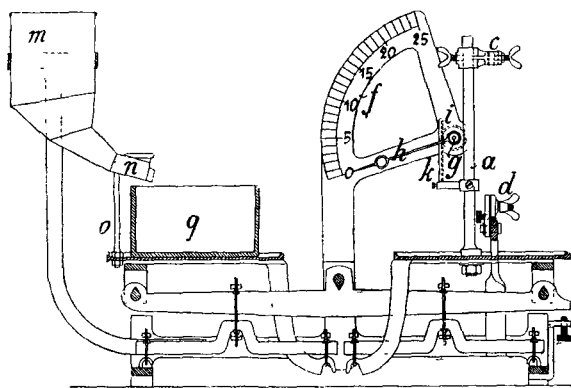


Fig. 22.

körnern oder Quecksilber besteht. Wird der Schieber bez. das Ventil *n* geöffnet, so ergiesst sich das Wägemittel in einem gleichmässigen, feinen Strahl in die Gewichtsschale *g*. Die Belastung der letzteren erfolgt demnach selbstthätig und allmählich; infolge dessen wird auch der Zug auf das in der Prüfung begriffene Papier ganz allmählich stärker. Entsprechend der Dehnung des Papiers bei der zunehmenden Belastung steigt der rechte Arm des Waagebalkens mit der Stange *a* und Spannvorrichtung *c* und daher auch die an *a* angeschlossene Zahnstange *k*. Durch diese wird das Rad *i* und der mit letzterem

verbundene Zeiger *h* nach aufwärts gedreht. Bei seiner Bewegung zeigt der Zeiger auf der Scale von 0,1 mm zu 0,1 mm die Zunahme der Dehnung des eingespannten Streifens an, bis letzterer schliesslich reisst. Sobald dieses geschieht, fällt die Gewichtsschale *q* nieder. Da der Winkel *o* diese Bewegung mitmachen muss, so wird durch denselben der Schieber *n* bez. das an dessen Stelle angewendete Ventil geschlossen und dadurch die Zuführung von Gewicht abgesperrt.

Durch Aufsetzen von Gewichten auf die rechtsseitige Waagschale wird dann die Zugkraft festgestellt, bei welcher der Bruch erfolgte.

Bleikammerprocess. Um die Bildung der Schwefelsäure zu erläutern, wird nach F. Wilbrand¹⁾ im Kolben links (Fig. 23)

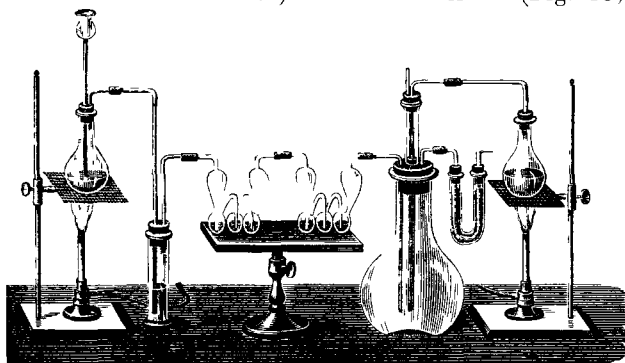


Fig. 23.

Schwefligsäure entwickelt, die in der ersten Kugelhöhre mit Salpetersäure in Berührung kommt. Braune Dämpfe von Untersalpetersäure bilden sich, welche durch ein zweites mit Wasser gefülltes Kugelhöhre geleitet werden. Aus diesem entweicht ein farbloses Gas, das beim Eintritt in die grosse Flasche braun wird und sich dadurch als Stickstoffoxyd zu erkennen gibt; im Kugelhöhre bleibt Salpetersäure und, wie die später auftretende Bläuung beweist, etwas Salpetrigsäure. Bei Zutritt von Wasserdampf zu der durch den Sauerstoff der Luft neu gebildeten Untersalpetersäure entsteht wieder Salpetersäure und Stickstoffoxyd. Der Dampfstrom reisst, wie die Anordnung des Apparats zeigt, zugleich neue Luft mit in den grossen Kolben. Wird während des Versuchs das kleine Luftzufuhrrohr oben verschlossen, so bleibt der Kolbeninhalt farblos, und die aus dem U-Rohr austretenden braunen Dämpfe zeigen den Verlust von Salpetersäure an. Der Versuch wird unterbrochen, sobald die Ent-

wicklung der braunen Untersalpetersäuredämpfe aus dem ersten Kugelhöhre nachlässt; das Rohr enthält dann Schwefelsäure.

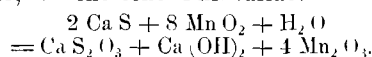
Unorganische Stoffe (einschl. Sprengstoffe).

Die Herstellung von Schwefelsäure aus Gyps, welche schon früher vielfach versucht wurde, scheint wieder Beachtung zu finden. Ältere Vorschläge finden sich im Jahresb. 1855 S. 55; 1856 S. 57; 1857 S. 99; 1858 S. 95; 1861 S. 161; 1863 S. 208; 1865 S. 271; 1867 S. 218; 1870 S. 167; 1874 S. 273 u. 512; 1875 S. 390; 1876 S. 625. Neuerdings will Weeren (Z. 1, S. 84) Sulfate mit Kieselsäure und Kohle zersetzen um Schwefel zu gewinnen.

C. Polony (Österr. P. v. 23. Aug. 1887) will Gyps bei 600 bis 1500° mit überhitztem Wasserdampf behandeln: gebrannter Kalk soll zurückbleiben. Ebenso sollen sich die Sulfate von Baryum, Strontium und Natrium verhalten. (Wenn das der Fall ist, so wäre die Erhitzung mit Wassergas wohl noch einfacher; vgl. Z. 2, S. 164.)

U. Cummings (Engl. P. 1886 No. 7355) will Gyps mit 30 Proc. Thon zu Ziegeln formen und glühen: die angeblich entweichende Schwefelsäure soll in Bleibehältern verflüssigt werden, während das zurückbleibende Calciumsilicat als Cement dienen soll.

Thiosulfat. Kocht man nach E. Donath und F. Müllner (Ber. österr. G. 1887 S. 128) durch Reduction von Gyps erhaltenes Schwefelcalcium mit Braunstein und Wasser, so entsteht Thiosulfat:



Zersetzt man die Lösung mit kohlensaurem Natrium, so erhält man Natriumthiosulfat. Ob dieses Verfahren vortheilhafter ist, als das mit Sodarückständen und Schwefligsäure, muss erst noch geprüft werden.

Chlormagnesiumzersetzung. Der Ofen von Ch. Heinzerling und J. Schmidt in Zürich (D.R.P. No. 41996) zur Zersetzung von Chlormagnesium, um Salzsäure bez. Chlor zu gewinnen, ist nicht nennenswerth verschieden von dem Röstofen von Eichhorn und Liebig (Jahresb. 1883 S. 197).

Sauerstoffherstellung. Wird chlores saures Kalium zersetzt, so bilden sich nach F. Bellamy (Mon. sc. 1887, S. 1145) stets kleine Mengen Chlor neben Sauerstoff. Bellamy zersetzte je 12 g Chlorat und leitete das Gasgemisch durch 10 cc Jodkalium-

¹⁾ Zeitschrift für den physikalischen und chemischen Unterricht; herausgegeben von F. Poske (Berlin, Julius Springer). Die Zeitschrift erscheint in 6 Heften. Pr. 10 M.

lösung (25 g KJ im Liter), welche mit 5 cc einer verdünnten Stärkelösung und 70 cc Wasser versetzt waren. Zum Titrieren des freien Jods wurde eine Lösung von unterschwefligsaurem Natron benutzt, welche 4,96 g im Liter enthielt.

Von 14 Proben Kaliumchlorat lieferte nur eine chlorfreien Sauerstoff. 12 g geschmolzenes Chlorat sollen bei 0° und 760 mm 3,285 l Sauerstoff entwickeln, im günstigsten Falle wurden nur 2,9 l erhalten.

Wird Kaliumchlorat mit Kieselsäure, Eisenoxyd, Braunstein u. dgl. vermischt und erhitzt, so findet bekanntlich eine glattere und gleichmässige Sauerstoffentwicklung statt, aber in allen Fällen nimmt die mitentwickelte Chlormenge zu. In der folgenden Tabelle sind für verschiedene Mischungen von Chlorat und Braunstein die entstehenden Chlormengen durch $\frac{1}{10}$ cc der unterschwefligsauren Natronlösung ausgedrückt.

| 12 g Kaliumchlorat und 0,10 g 0,50 g 1 g 6 g 12 g Braunstein. | | | | | | | | | |
|---|----|----|----|----|----|-----|----|-----|----|
| H | M | H | M | H | M | H | M | H | M |
| 6 | | 30 | | 60 | 15 | 133 | 16 | 73 | 26 |
| 28 | 13 | 39 | 10 | 60 | 13 | 141 | 12 | 163 | 13 |
| 28 | 14 | 40 | 9 | 60 | 28 | 175 | 10 | 260 | 6 |
| 43 | 14 | 41 | 9 | 61 | 11 | 189 | 5 | | |

H: $\frac{1}{10}$ cc Hyposulfatlösung;

M: Zeitdauer der Destillation in Minuten.

In der zweiten Tabelle sind die Sauerstoffmengen zusammengestellt, welche sich aus den verschiedenen Mischungen entwickeln.

| MnO ₂ | KClO ₃ | Sauerstoff |
|------------------|-------------------|-----------------|
| g | g | |
| 1,00 | 12 | 3,261 l |
| 0,50 | 12 | 3,250 bis 3,201 |
| 0,25 | 12 | 3,200 bis 3,151 |
| 0,25 | 12 | 3,150 bis 3,101 |
| 0,10 | 12 | 2,800 bis 2,701 |

Es ergibt sich hieraus, dass das günstigste Mischungsverhältniss von Braunstein und Kaliumchlorat nicht wie 1 zu 8 ist, wie man es häufig angegeben findet, sondern wie 1 zu 12, ja selbst wie 1 zu 16. Man erhält dann eine sehr günstige Sauerstoffausbeute neben möglichst wenig Chlor.

Eisenoxyd erleichtert im Allgemeinen ebenfalls die Zersetzung des Chlorates, jedoch ist die Wirkung je nach der Herstellung des Oxydes sehr verschieden, so dass Braunstein jedenfalls vorzuziehen ist. Eisenoxyd aus Nitrat hergestellt erleichtert die Chloratzersetzung sehr wenig, wogegen durch Alkali ausgefälltes Eisenoxyd sehr wirksam ist und nur geringe Chlormengen entwickelt.

Mischungen von Chlorat mit Kupfer-, Kobalt- oder Nickeloxyd, Kieselsäure, Thonerde, Chromoxyd u. dgl. — liefern grössere

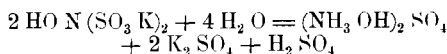
oder kleinere Mengen Chlor, wie alle Stoffe, welche die Zersetzung des Kaliumchlorats befördern. Diese wirken sämtlich als Säuren, direct ihrer Natur nach, wie Eisensulfat, Kupfersulfat, Kaliumbichromat, oder nachdem sie sich höher oxydirt haben wie Manganoxyde, Eisen-, Kobalt- und Nickeloxyde. Beachtet man ferner, dass die Chlorentwicklung hauptsächlich zu Anfang der Zersetzung stattfindet, so lässt sich der Vorgang, bei einer Mischung von Chlorat und Braunstein, in folgender Weise veranschaulichen:

- 1) $\text{KClO}_3 + \text{MnO}_2 = \text{KMnO}_4 + \text{O} + \text{Cl}$.
- 2) $2\text{KMnO}_4 = \text{K}_2\text{MnO}_4 + \text{MnO}_2 + \text{O}_2$.
- 3) $\text{K}_2\text{MnO}_4 + \text{MnO}_2 + \text{KClO}_3 = 2\text{KMnO}_4 + \text{KCl} + \text{O}$.

e.

Hydroxylaminherstellung. Setzt man nach F. Raschig in Ludwigshafen (D.R.P. No. 41 987) zu salpetrigsaurem Natrium soviel saures schwefligsaures Natrium als der Gleichung

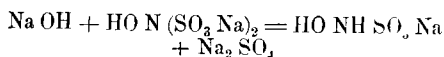
$\text{NaNO}_2 + 2\text{HSO}_3\text{Na} = \text{HO N}(\text{SO}_3\text{Na})_2 + \text{NaOH}$ entspricht, am besten so, dass man die Temperatur der Mischung durch Eintragen von Eis auf 0° hält, so entsteht das hydroxylaminindisulfonsaure Natron neben freiem Natronhydrat, beide in Wasser gelöst. Fügt man nun eine solche Menge eines leicht löslichen Kalisalzes (z. B. Chlorkalium oder schwefelsaures Kali) in wässriger Lösung zu, dass dieselbe hinreicht, um alles hydroxylaminindisulfonsaure Natron in das entsprechende Kalisalz umzusetzen, und lässt bei gewöhnlicher Temperatur stehen, so scheidet sich das hydroxylaminindisulfonsaure Kali in dichten, leicht von der Mutterlauge zu trennenden Krystallen aus. Dieses Salz wird, der Gleichung



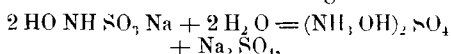
entsprechend, in schwefelsaures Hydroxylamin, schwefelsaures Kali und Schwefelsäure gespalten, entweder indem man es mit Wasser andauernd kocht, oder schneller, indem man es damit auf etwa 130° erhitzt. Schliesslich wird das schwerer lösliche schwefelsaure Kali durch fractionirtes Krystallisiren vom schwefelsauren Hydroxylamin getrennt.

Man kann auch, zumal wenn es nicht darauf ankommt, ein reines und ganz von Ammoniak freies Hydroxylamin zu erhalten, das bei der Behandlung von salpetrigsaurem Natron mit saurem schwefligsaurem Natron entstehende Gemisch von hydroxylaminindisulfonsaurem Natron und Aetznatron direct zerlegen, indem man seine Lösung allmählich in eine geringe Menge einer stärkeren Mineralsäure (z. B. Schwefelsäure oder Salzsäure)

fließen lässt, so dass die entstehende Flüssigkeit immer sauer bleibt:



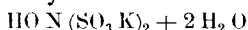
Es entstehen also hydroxylaminmonosulfonsaures Natron und schwefelsaures Natron. Um das erstere in schwefelsaures Hydroxylamin und schwefelsaures Natrium umzusetzen nach der Gleichung



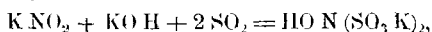
wird die erhaltene Lösung längere Zeit gekocht oder kürzere Zeit auf etwa 130° erhitzt.

Die beschriebenen Reactionen gehen in gleicher Weise zwischen den entsprechenden Kalisalzen, ebenso auch mit Hülfe neutraler schwefligsaurer Salze vor.

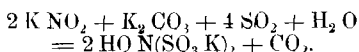
Das hydroxylaminindisulfonsaure Kali



kann auch direct durch Einfließenlassen der berechneten Menge einer Kaliumbisulfatlösung in eine solche von salpetrigsaurem Kali oder salpetrigsaurem Natron unter ständigem Rühren dargestellt werden, wobei man die Temperatur des Reactionsgemisches nicht über 40° steigen lässt. Man kann aber auch die Darstellung des Kaliumbisulfits und das Zusammenbringen desselben mit Kaliumnitrit in einer Operation vereinigen, wenn man Schwefligsäure in eine wässrige Lösung von salpetrigsaurem Kali einleitet, welche soviel Kalihydrat oder kohlenensaures Kali enthält, als folgenden Gleichungen entspricht:



oder



Werthbestimmung der Sublimatverbandstoffe. Nach A. Partheil (Pharm. Centr. 1887, S. 639) ist die maassanalytische Bestimmung des Quecksilberchlorides mit Chamäleon (vgl. S. 23 d. Z.) nur für reine Lösungen brauchbar, nicht aber für die nach der Kriegssanitätsordnung Beil. 5 hergestellten Verbandstoffe, da hierzu folgende Lösung gebraucht wird: 50 g Sublimat, 5000 g Spiritus, 2500 g Glycerin, 7500 Wasser und 0,5 g Fuchsin. Hierfür wird folgendes Verfahren empfohlen:

Eine gewogene Menge des Verbandstoffes ziehe man auf dem Verdrängungswege mit warmem, kochsalzhaltigem Wasser bis zum Verschwinden der Quecksilberreaction aus, fälle den Auszug mit Schwefelwasserstoff, und überlasse bis zum anderen Tage der Ruhe. Den Niederschlag bringe man sodann auf ein Filter, wasche aus, gebe Niederschlag

samt Filter nebst etwa 60 cc Wasser in ein Becherglas und leite Chlor ein, bis alles Schwefelquecksilber gelöst und das Filter grösstentheils zerstört ist. Dann filtrire man, befreie vom überschüssigen Chlor und fälle das Quecksilber mittels phosphoriger Säure als Quecksilberchlorür. Man lasse 24 Stunden absetzen, bringe den Niederschlag auf ein gewogenes Filter, wasche aus, trockne bei 100° und wäge.

Sprengstoffe.

Pikrinsäure als Sprengstoff. Wird Pikrinsäure in nicht zu kleinen Mengen in einem offenen Gefässe einem mässigen Feuer ausgesetzt, so schmilzt sie, nach Berthelot, (C. r. 105, S. 1159) und entwickelt Dämpfe, welche sich an der Luft entzünden und mit leuchtender Flamme verbrennen. Eine Explosion findet nicht statt. Giesst man die brennende Flüssigkeit auf eine abgekühlte Fläche, so erlischt die Flamme. Kleine Mengen Pikrinsäure lassen sich sogar ohne Zersetzung verflüchtigen.

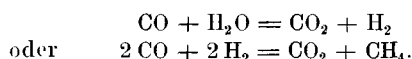
Wird Pikrinsäure schnell erhitzt, so zersetzt sie sich unter Wärmeentwicklung. Erhitzt man jedoch eine Glasröhre, welche an einer Seite zugeschmolzen ist und einen Durchmesser von 25 bis 30 mm hat, bis zur Rothglut und wirft einige Milligr. krystallisirte Pikrinsäure in die Röhre gegen den glühenden Boden, so findet eine starke Explosion unter Lichtentwicklung und Auftreten eines eigenthümlichen Geruches statt. Nur einige Kohlenstofflößchen waren als Rückstand wahrzunehmen. Die Glasröhre war vor dem Versuch mit Stickstoff gefüllt.

Nimmt man einige Centigramme Pikrinsäure und behandelt sie wie oben, so verdampft ein Theil der Säure, das Glasrohr kühlt sich etwas ab und die Explosion findet durch die ganze Röhre statt. Diese ist nicht so heftig wie die vorige, auch bleibt im Verhältniss mehr Kohlenstoff zurück.

Wirft man einige Decigramme Pikrinsäure in die Röhre, so schmilzt die Säure und verbrennt lebhaft unter starker Rauchentwicklung mit rother Flamme. Der Rauch entzündet sich beim Austritt aus der Röhre in Berührung mit der Luft.

Vergrössert man die Pikrinsäuremengen noch mehr, so zersetzen sich dieselben unter Rauchentwicklung und theilweiser Verflüchtigung, jedoch ohne zu entflammen.

Sprengstoffwirkung. Nach Sarrau und Vieille (Compt. r. 105 S. 1222) ist es für die Wirkung der Sprengstoffe wesentlich, ob Nebenreactionen auftreten, wie



So geben 8 Mol. Pikrinsäure (alte Formeln) $8 \text{C}_{12}\text{H}_5(\text{NO}_4)_3\text{O}_2 =$
 $11 \text{CO}_2 + 84 \text{CO} + 24 \text{N} + \text{CH}_2 + 16 \text{H} + 6 \text{HO}$
 oder aber
 $25 \text{CO}_2 + 61 \text{CO} + 24 \text{N} + 9,5 \text{CH}_2 + 4 \text{H} + \text{HO} + 0,5 \text{C}.$

Organische Verbindungen.

Anthracenreinigung. Die Chemische Fabriks-Actiengesellschaft in Hamburg (D.R.P. No. 42 053) gründet ihr neues Verfahren zur Reinigung des Rohanthracens auf die Thatsache, dass die sämtlichen Begleiter des Anthracens, einschliesslich Carbazol, in den Pyridin-, Chinolin- und Anilinbasen erheblich leichter löslich sind, als das Anthracen selbst, so dass es mittels eines einzigen Löseprocesses gelingt, nicht nur das Anthracen sogleich sehr hochprocentig, sondern dasselbe auch nahezu oder ganz frei von Carbazol und dessen Homologen zu gewinnen.

Als besonders geeignetes Lösungsmittel dienen die Theerbasen (Pyridinbasen), wie sie in den leichten Ölen des Steinkohlentheers enthalten sind und daraus am bequemsten nach dem Verfahren der Patente No. 34 947 und No. 36 372 gewonnen werden können. Die Fähigkeit dieser basischen Stoffe, das Anthracen anzureichern, geht so weit, dass sie sogar noch ziemlich stark mit Benzol oder ähnlich wirkenden Stoffen versetzt werden können, ohne diese namhaft einzubüssen.

Man benutzt das auf die eine oder andere Weise erhaltene annähernd entwässerte und rectificirte Theerbasengemisch wie folgt: In einen mit Rührwerk versehenen Kessel, der von aussen im Wasser- oder Dampfbade erhitzt werden kann, werden 1 Th. Rohanthracen und 1,5 bis 2 Th. dieser Basen eingetragen und unter Umrühren erwärmt, bis alles gelöst ist. Nach dem Abkühlen der Lösung wird das auskrystallisirte Anthracen von der Mutterlauge durch Absaugen, Pressen oder Schleudern getrennt.

In gleicher Weise verfährt man, wenn an Stelle der Pyridinbasen die höhersiedenden Anilin- und Chinolinbasen zur Anwendung kommen, in welchem Falle es vorzuziehen ist, dieselben mit gleichen Theilen Benzol (Solventnaphta) zu versetzen.

Ein Rohanthracen von etwa 33 Proc. Reingehalt gab auf diese Weise, wenn aus reinen Pyridinbasen in dem Verhältniss von 1 : 1,75 umkrystallisirt, ein Anthracen von 82,5 Proc. Reingehalt, dagegen aus einem Gemisch von gleichen Theilen Benzol und Pyridinbasen in dem Verhältniss von 1 : 2 umkrystallisirt ein Anthracen von 80 Proc.,

und endlich aus einem Gemisch von gleichen Theilen Anilin und Benzol ebenfalls im Verhältniss von 1 : 2 umkrystallisirt ein Anthracen von etwa 75 Proc.

Azofarbstoffe. Die Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co. in Elberfeld (D.R.P. No. 41 761) empfehlen die Darstellung von blaurothen, Baumwolle direct färbenden Azofarbstoffen durch Einwirkung der Tetrazoverbindungen des Benzidins oder Tolidins auf die methylylirten oder äthyllylirten Betanaphthylaminmonosulfosäuren.

β -Naphthylamin- δ -Monosulfosäure. Die Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer u. Co. in Elberfeld (D.R.P. No. 42 272 u. 42 273) empfehlen die Überführung der β -Naphthylamin- γ -Monosulfosäure in β -Naphthylamin- δ -Monosulfosäure durch Erhitzen derselben für sich oder in einem Process mit Schwefelsäure auf 150° übersteigende Temperatur, sowie die Überführung der β -Naphthylamin- α -Monosulfosäure in β -Naphthylamin- δ -Monosulfosäure durch Erhitzen derselben für sich — oder in einem Process mit Schwefelsäure — auf 150° übersteigende Temperatur.

Zucker, Stärke.

Invertzuckerbestimmung. Nach R. Geduldt (Mon. sc. 1888, 62) werden 30 cc einer Seignettesalzlösung, welche 173 g Seignettesalz und 125 g Kalihydrat in 500 cc Wasser enthält, mit 30 cc Kupfersulfatlösung (34,6 g in 500 cc Wasser) in einem 250 cc fassenden Kochkolben zum Sieden erhitzt, dann 25 cc der Zuckerlösung, welche nicht mehr als 1 Proc. Invertzucker enthält, zugefügt. Der Kolben wird nun von der Flamme entfernt und mit einem Kautschukstopfen mit Glasrohr verschlossen, welches durch einen Schlauch mit einer Klemme verschlossen ist. Nachdem der Kolben durch Wasser rasch abgekühlt ist, lässt man durch den Schlauch und die Röhre mit Hülfe des Luftdrucks 30 bis 35 cc Ammoniumsulfatlösung (300 g Sulfat im Liter) und dann 30 cc ammoniakalische Silberchlorürlösung in den Kolben fliessen, wobei der Eintritt der Luft möglichst zu verhindern ist. Der Kolben wird geschlossen und geschüttelt. Zur Herstellung der Silberlösung werden 50 g Silbernitrat durch Salzsäure ausgefällt, das Chlorsilber wird in concentrirter Ammoniakflüssigkeit gelöst und bis 500 cc aufgefüllt.

Nach einigen Minuten ist die Reduction beendet. Das durch Zucker gebildete Kupferoxydul hat sich nach der Gleichung: $\text{Ag}_2 \text{Cl}_2 + \text{Cu}_2 \text{O} = \text{Ag}_2 + \text{CuO} + \text{Cu Cl}_2$ wieder oxy-

dirt und eine entsprechende Menge Silber niedergeschlagen. Man entfernt nun den Stopfen und versetzt die Flüssigkeit, um das dem Silber äquivalente Chlor titriren zu können, so lange mit Schwefelsäure von 20 bis 25° B., bis eine schwach saure Reaction eintritt, wobei jedoch durch fortwährendes Abkühlen dafür Sorge zu tragen ist, dass die Temperatur nicht über 40° steigt. Man füllt nun z. B. bis zu 300 cc auf und titriert 30 cc in bekannter Weise mit einer Silbernitratlösung, welche 47,22 g im Liter enthält; 100 cc dieser Lösung entsprechen 3 g Silber.

Die Resultate, welche Geduldts mit seinem Verfahren erhielt, sind befriedigend, wie folgende Analysen zeigen:

| Silber, durch Kupfer reducirt mg | Kupfer, dem Silber ent- sprechend mg | Invertzucker | |
|---|---|--------------------------------|-----------------|
| | | nach Meissl berechnet mg | angewandt mg |
| 253,4 | 149,1 | 0,0784 | 0,0788 |
| 491,1 | 288,9 | 0,1571 | 0,1576 |
| 459,0 | 270,0 | 0,1462 | 0,1470 |

Bestimmung des Zuckergehaltes der Rüben. F. Herles (Z. Zucker. B. 11 S. 531) findet, dass zwar die Alkoholpolarisation gegenüber der wässrigen Polarisation bedeutende Vortheile bietet, dass sie indess auch nicht frei von Mängeln ist, die der letzteren nicht anhaften. Wenn in einzelnen Fällen zwischen beiden Verfahren Unterschiede gefunden werden, so muss dies nicht sofort als untrügliches Zeichen von der Fehlerhaftigkeit der Wassermethode angesehen werden, der Fehler kann vielmehr zum Theil oder auch gänzlich mit der Anwendung des Alkohols zusammenhängen. Er empfiehlt daher folgendes Verfahren:

Man wägt in einer Schale die n -fache halbnormale Menge von Rübenbrei ab, bringt denselben mit Hilfe eines Trichters und Glasstabes in einen Glaskolben von umal 100 cc Volum, spült Alles mit heissem Wasser ab und füllt ebendamt bis zur Marke auf. Durch Schwenken und Drehen des Kolbens treibt man die Luft- und Schaumblasen an die Oberfläche und schlägt sie mit Äther nieder. Dann lässt man wenigstens $\frac{1}{4}$ Stunde ruhig stehen, kühlt durch Einstellen in kaltes Wasser ab und füllt mit Bleiessig bis zur Marke auf. Man schüttelt tüchtig durch, filtrirt und polarisirt. Bei Anwendung eines 200 mm langen Beobachtungsrohres verdoppelt man das Ergebniss, während die Ablesung in einem 400 mm Rohr direct die Zuckerprocente der Rübe ergibt. Die Correction für das Rübenmark kann entweder ganz vernachlässigt

werden, oder man multiplicirt die Polarisationsziffer mit 0,997 oder aber bringt von dem Resultat 0,04 Proc. in Abzug. Auch kann man gleich beim Auffüllen mit Rücksicht auf das Volum des Rübenmarks um n mal 0,3 cc über die Marke zugeben.

Man kann auch die n -fache Normalmenge an Rübenbrei in einen Kolben von $n \times 100$ cc einfüllen, nur muss beim Auffüllen ein Raum von etwa $n \times 2$ cc unter der Marke leer gelassen werden. Das Polarisationsresultat muss ebenfalls entweder mit 0,997 multiplicirt oder um $n \times 0,6$ cc über die Marke nachgefüllt werden. Doch empfiehlt sich aus verschiedenen Gründen die Anwendung der halbnormalen Menge.

Das verwendete Wasser muss nicht kochend sein, es genügt, wenn es 70° warm ist. Bezügliche Versuche haben ergeben, dass der Rübenbrei wenigstens $\frac{1}{4}$ Stunde mit dem heissen Wasser in Berührung sein muss, damit die Diffusion eine vollständige sei. Nach Zusatz des Bleiessigs kann die Lösung wochenlang stehen, ohne dass in der Polarisation eine Änderung bemerkbar wäre. Die vorzeitige Zugabe von Bleiessig vor Beendigung der Diffusion oder gar die Erwärmung mit Bleiessig auf dem Wasserbade führt zu unrichtigen Resultaten. Ebenso fehlerhaft ist es, wenn man mit kaltem Wasser bei gleichzeitiger oder nachträglicher Zugabe von Bleiessig auslaugt.

Die Filtrate sind bei diesem Verfahren immer klar und polarisiren sich gut. Die Menge des zu verwendenden Rübenbreies hängt von dem Zweck ab, zu welchem die Rübe untersucht wird. Für die laufenden Untersuchungen empfiehlt es sich, dem gut durchgemischten Brei $5 \times 13,024 = 65,12$ g zu entnehmen und in ein 500 cc Kölbchen einzubringen.

Neue Bücher.

J. Hummel: Die Färberei und Bleicherei der Gespinnstfasern. Deutsche Bearbeitung von E. Knecht. 1888; mit zahlreichen Holzschnitten, 379 S. (Berlin. J. Springer.)

Es gibt wohl kaum einen Zweig der angewandten Chemie, auf dem es bisher mehr an einem brauchbaren Handbuche fehlte, als auf dem der Färberei und Bleicherei. Das vorliegende Buch, welches durch die vorzügliche Bearbeitung von Knecht noch an Werth gewonnen hat, entspricht allen Anforderungen, welche man an ein kurzes Handbuch überhaupt stellen kann und kann daher in jeder Beziehung empfohlen werden.

Für viele Leser d. Z. dürften die Tafeln für die qualitative Bestimmung der Farbstoffe auf gefärbten Geweben besonders beachtenswert sein.

F.