

Dieselbe reine Säure mit Zusätzen von reiner Parasulfanilsäure.

Versuch I. Zugesezt 0,2 Proc.

Gefunden Ba SO_4 0,0083 g
Gefunden in Proc. 0,35 Proc. Parasäure
Berechnet 0,20

Versuch II. Zugesezt 1 Proc.

Gefunden Ba SO_4 0,0305 g
Gefunden in Proc. 1,3 Proc.
Berechnet 1,0

Versuch III. Zugesezt 2,5 Proc.

Gefunden Ba SO_4 0,0619 g
Gefunden in Proc. 2,62 Proc.
Berechnet 2,50

Versuch IV. Zugesezt 5 Proc.

Gefunden Ba SO_4 0,1160 g
Gefunden in Proc. 4,98 Proc.
Berechnet 5,00

Unreine Metanilsäure, sog. technische Säure.

Säure I gefunden 4,93 Proc. Parasulfanilsäure
- II - 4,47
- III - 4,27

Für die technische Säure ist noch die Frage offen: „Ist die Abspaltung von Schwefelsäure, bez. die Trübung beim Bromiren unreiner Metanilsäure auf einen Gehalt von Para- oder Orthosäure zurückzuführen, oder sind es andere organische Producte, welche die Metanilsäure verunreinigen?“

Von vornherein kann man im ersteren Sinne entscheiden, denn es liegt kein Grund vor, andere Säuren zu vermuthen. Ich habe jedoch diese Frage noch experimentell entschieden.

10 g unreine Metanilsäure, welche nach der Bromirungsmethode einen Gehalt von 4,2 Proc. Parasulfanilsäure enthält, wurde mit einem geringen Bromüberschuss bromirt, die Flüssigkeit mit Ammoniak alkalisch gemacht und mit Äther ausgeschüttelt. Beim Verdunsten des Äthers auf dem Wasserbade hinterblieb ein gelbbraunes Öl, das in kurzer Zeit krystallinisch erstarrte und dessen Gewicht 0,572 g betrug. Daraus berechnen sich allerdings nur 3 Proc. Parasulfanilsäure. Die Sublimationsfähigkeit des Tribromanilins, sowie das Ausschütteln mit Äther jedoch bedingen selbstredend grössere Fehler; immerhin kann die Menge 0,572 g als beweiskräftig angesehen werden für die Richtigkeit der Bestimmungsmethode mit Brom, zumal thatsächlich auch Tribromanilin vorlag. Das erstarrte Öl wurde zuerst aus Äther und dann aus Alkohol umkrystallisirt. Der Schmelzpunkt der dabei erhaltenen Krystalle lag bei 119 bis 120°, Tribromanilin schmilzt bei 119 bis 120°.

Die Bestimmung gestattet demnach eine genaue Bestimmung der Parasulfanilsäure.

Enthält eine Substanz nur Para- und Meta-säure, und sind keine anderen Verbindungen zugegen, auf welche Nitrit einwirken könnte, so ergibt die Diazotirung einerseits die Summe beider Säuren. Subtrahirt man von der Summe beider Säuren den vermittelst Brom für die Parasulfanilsäure ermittelten Werth, so erfährt man den genauen Gehalt an Metanilsäure.

Ebenso spalten, wie es auch die Versuche Vaubel's bestätigen, Orthosulfanilsäure, sowie solche Toluidinsulfosäuren, bei welchen die Sulfogruppen sich in Ortho- oder Parastellung zur Amidogruppe befinden, mit Brom Schwefelsäure ab. Es wird sich daher auf dem gleichen Wege auch eine Bestimmung dieser Sulfosäuren erzielen lassen.

Kühlpipette.

Von

Friedrichs.

Dieser kleine Apparat ist bestimmt, durch Ansaugen und Ausstossen von heissen Flüssigkeiten, eine raschere Abkühlung derselben zu bewirken und dürfte da von Nutzen sein, wo sich eine Überführung von heissen Lösungen in in andere Gefässe, Filter u. s. w. nöthig macht. Auch zur Regelung der Temperatur flüssiger Substanzen behufs Bestimmung des spec. Gewichtes wird diese Pipette Dienste leisten¹⁾.



Fig. 35.

Elektrochemie.

Zur Ausscheidung des Natrons aus der bei der Elektrolyse von Kochsalz-laugen erhaltenen Kathodenflüssigkeit lässt C. Kellner (D.R.P. No. 85 041) letztere in einem Gegenstrom von die Verdampfung bewirkenden, gereinigten Feuergasen über Drahtseile oder Ketten fliessen und bringt dadurch das Natron in Form von Natriumcarbonat zum Auskrystallisiren. Der Krystallisationsturm A (Fig. 36) trägt oben den zur Aufnahme der auszukrystallisirenden Lösung dienenden Behälter B. Der Boden dieses Behälters ist durchlöchert; in die Löcher sind Drahtseile oder Ketten $s_1 s_2 s_3 \dots$

¹⁾ Zu beziehen durch Handlungen chem. Apparate, sowie durch die Fabrikanten Greiner & Friedrichs in Stützerbach.