

auf 500 cc und Zusatz von 500 cc Salzsäure von 1,12 spec. Gew. und 1 l Wasser) hinzufliessen, lässt 2 Minuten stehen, gibt 60 cc einer Mangansulfatlösung, die im Liter Wasser 200 g des Salzes und 200 cc conc. Schwefelsäure enthält, 600 cc kaltes Wasser und 50 cc in der Kälte gesättigter Quecksilberchloridlösung hinzu. Bei dieser Verdünnung ist die Farbe des Eisenchlorids nicht hinderlich für ein scharfes Erkennen des Endpunktes der Titration.

T. B.

### Unorganische Stoffe.

Vorrichtung zur Verhütung des Ausstossens von Rauch aus Kiesöfen der Stassfurter chemischen Fabrik vorm. Vorster & Grüneberg (D.R.P. No. 100 708). Während der Beschickung eines Ofens, also bei geöffneter Einwurfsöffnung, wird der Zug des Systems auf die unter den Rosten befindlichen Luftzuführungskanäle

Systems eine Luftverdünnung unter den Rosten. Verbindet man daher die geschlossenen Luftzuführungskanäle eines Systems mit geschlossenen Einwurfsöffnungen mit den geschlossenen Luftzuführungskanälen eines anderen Systems mit geöffneter Einwurfsöffnung mittels eines Kanals bez. einer Röhrenleitung, so saugt das System mit geschlossenen Einwurfsöffnungen sich Luft durch die geöffnete Einwurfsöffnung des anderen Systems; statt auszustossen, zieht die offene Einwurfsöffnung Luft ein, welche nun dem System mit geschlossenen Einwurfsöffnungen zugeführt wird, ein Gehalt dieser Luft an Röstgasen (wie es stets der Fall ist) geht daher nicht verloren.

Bei dieser Einrichtung, Verbindung der Luftzuführungskanäle von zwei oder mehreren Systemen durch einen Kanal, wird das Ausstossen der Öfen vollständig beseitigt, ohne Verluste an Röstgasen und ohne Gefahr, dass sogenannte falsche Luft (Luft,

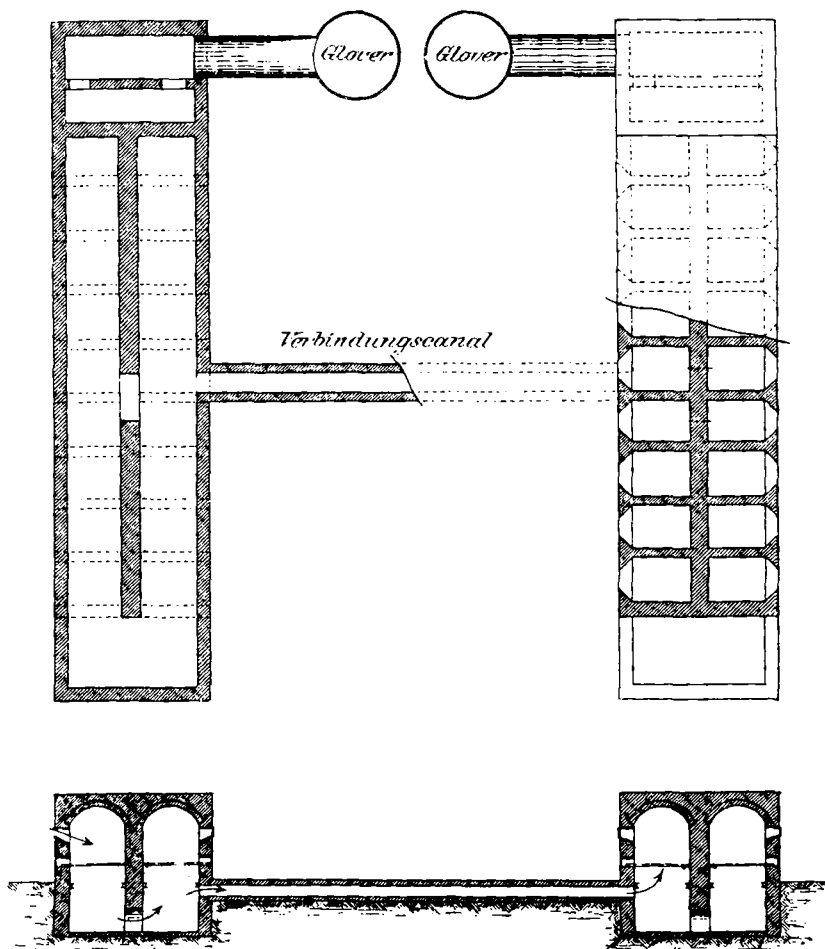


Fig. 29.

vollständig aufgehoben. Bei geschlossenen Luftzuführungskanälen und geschlossenen Einwurfsöffnungen erzeugt die Zugkraft des

welche keine brennenden Pyritschichten durchzogen hat) in die Abzugskanäle und den Gloverthurm gelangt.

Bei den sog. belgischen Kiesöfen ist diese Verbindung der Luftzuführungskanäle zweier Systeme in der einfachsten Weise zu bewerkstelligen; ein Kanal aus Mauerwerk u. s. w. verbindet direct die Luftzuführungs-kanäle beider Systeme (Fig. 29 und 30). Dieser Kanal ist ohne jeden Schieber, verlangt daher keine Bedienung oder Beaufsichtigung.

mit einem Schieber für jeden Luftzuführungs-kanal des einzelnen Ofens. Bei der Beschickung einer Abtheilung wird der Kanalschieber dieser Abtheilung, sowie auch der Kanalschieber irgend einer Abtheilung des anderen Systems, welches nicht beschickt werden soll, gezogen; die verlangte Verbindung beider Systeme ist hierdurch hergestellt. Während des regelmässigen Kammer-

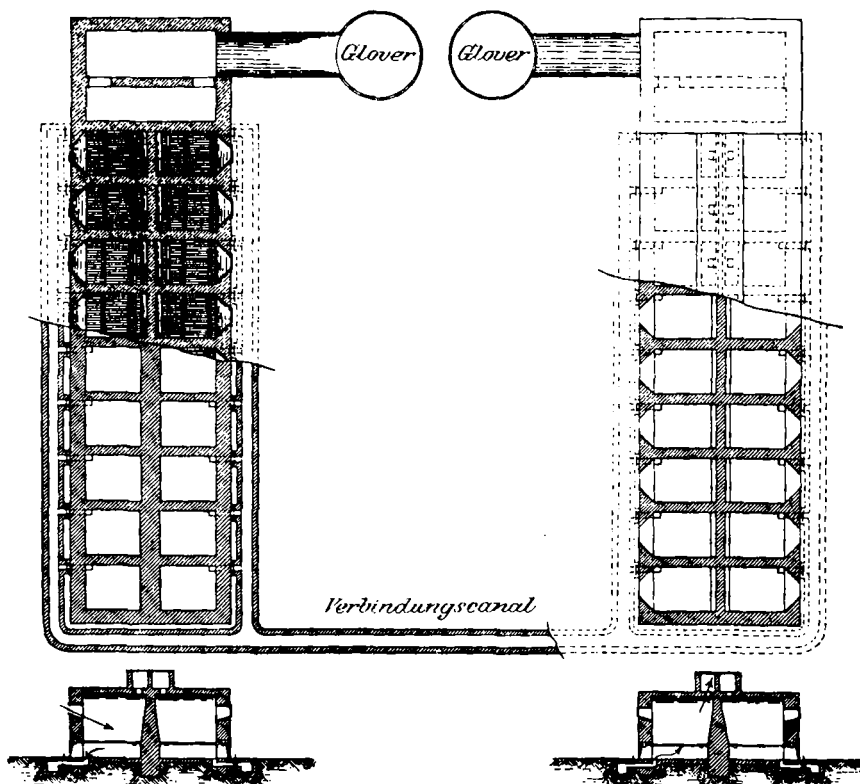


Fig. 30.

Lässt man die Hauptschieber des Systems, welches beschickt wird, auch nach der Beschickung geschlossen und öffnet nur die Schieber der Luftzuführungskanäle des Systems, welches nicht beschickt wurde, so erhält das System mit geschlossenem Schieber jetzt seine Luft durch den Verbindungschanal, und man hat behufs Beschickung stets nur den oder die Schieber eines Systems zu öffnen und den anderen zu schliessen, d. h. genau nur dieselbe Arbeit zu verrichten, wie ohne die vorliegende Einrichtung.

Bei den englischen Kiesöfen, bei denen jeder einzelne Ofen eines Ofensystems einen besonderen Luftzuführungschanal besitzt, desgleichen bei den Maletroffen, bei denen eine Anzahl lothrecht über einander gelagerter Brennräume einen gemeinschaftlichen Luftzuführungschanal haben, kann man die Luftzuführungschanäle der einzelnen Öfen in einen gemeinschaftlichen Kanal münden lassen,

betrieibes werden sämtliche Schieber geschlossen gehalten.

Phosphorsaures Natrium reagirt nach Brunner (Z. anal. 1898, 740) stets alkalisch. Er krystallisirte Natriumphosphat (purissimum), dessen Lösung Phenolphthalein röthete, nachdem es durch etwas Phosphorsäure sauer gemacht und durch Kochen sämtliche Kohlensäure von etwa vorhanden gewesener Soda entfernt war, wiederholt aus Wasser um; es zeigte jedoch die Lösung des gut gewaschenen Salzes stets die Phenolphthaleinreaction. Ein Salz  $\text{Na}_2\text{HPO}_4 + 12\text{H}_2\text{O}$ , welches Phenolphthalein nicht roth färbte, ist danach nicht darzustellen.

Zur quantitativen Bestimmung der alkalischen Erden neben einander ohne vorherige Trennung führt J. Knobloch (Z. anal. 1898, 733), wenn nur zwei der-

selben in Lösung sind, dieselben in zwei verschiedene Wägungsformen über. Er fällt das Gemisch als Carbonate und bestimmt deren Menge  $p$ . Dann führt er die Carbonate in Oxyde über, indem er sie in einer gewogenen Menge reinsten Natriummetaphosphats schmilzt, und bestimmt wieder das Gewicht  $n$ . Aus den beiden Werthen lässt sich die Menge der Einzelbestandtheile berechnen. Zur Bestimmung von

Ca und Ba nebeneinander ist  $\text{CaO} = 2,00653 p - 2,58283 n$ ;  $\text{BaO} = n - \text{CaO}$

Ca und Sr nebeneinander ist  $\text{CaO} = 2,77369 p - 3,95263 n$ ;  $\text{SrO} = n - \text{CaO}$

Ba und Sr nebeneinander ist  $\text{SrO} = 7,25463 p - 9,33817 n$ ;  $\text{BaO} = n - \text{SrO}$ .

Sind alle drei Metalle nebeneinander vorhanden, so bestimmt Verf. ebenfalls zunächst die Menge  $p$  der gemischten Carbonate, dann die Menge  $n$  der gemischten Oxyde und ermittelt schliesslich die Menge  $r$  des Baryums durch wiederholtes Füllen als Chromat. Dann ist

$\text{CaO} = 2,77369 p - 3,95263 n + 0,23081 r$

$\text{BaO} = 0,60367 r$

$\text{SrO} = n - \text{BaO} - \text{CaO}$ .

Zur maassanalytischen Bestimmung des Quecksilbers erhitzt C. Reichard (Z. anal. 1898, 749) die Lösung einer abgewogenen Menge Quecksilbersalz mit überschüssiger alkalischer Lösung von arseniger Säure von bekanntem Gehalt zum Sieden. Das als arsenigsaures Salz vorhandene Quecksilber scheidet sich dabei als schwarzes Metallpulver ab; man filtrirt, wäscht und bestimmt im Filtrat mit Jod oder Permanganat die Menge der unverbrauchten arsenigen Säure. Ein Vortheil der Methode besteht darin, dass es gleichgültig ist, in welcher Oxydationsstufe sich das Quecksilber befindet.

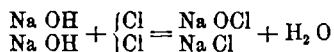
Zur Unterscheidung von Ozon, salpetriger Säure und Wasserstoffsuperoxyd lässt sich nach G. Erlwein und Th. Weyl (Ber. deutsch. 31, 3158) *m*-Phenylendiamin benutzen. Die alkalische Lösung der Base wird durch Ozon burgunderroth gefärbt, was durch salpetrige Säure und Wasserstoffsuperoxyd nicht geschieht. Verf. benutzen eine Diaminlösung, welche 0,1 bis 0,2 g des salzsauren Salzes in 90 cc Wasser und 10 cc 5 proc. Natronlauge enthält. 25 cc dieser Lösung werden durch 0,08 mg Ozon in 5 Secunden gelbbraun gefärbt. Durch Reduction verschwindet die Färbung, tritt aber beim Stehen oder Schütteln mit Luft wieder auf. Der Farbstoff scheint den Chinonaniliden verwandt zu sein.

Über die neuerdings entdeckten Gase und ihre Beziehung zum periodischen System macht W. Ramsay (Ber. deutsch. 31, 3111) Mittheilung. Schreibt man Helium und Argon die Atomgewichte 4 beziehungsweise 40 zu, so muss, wie das periodische System erkennen lässt, ein Element der Argongruppe existiren mit einem zwischen den beiden Werthen liegenden Atomgewichte, etwa 20. Verf. versuchte, durch fractionirte Destillation von verflüssigtem Argon vielleicht dieses neue Element zu finden, da sich gezeigt hatte, dass Argon, wenn es einer methodischen Diffusion unterworfen wurde, kleine Verschiedenheiten der Dichte der einzelnen Fractionen aufwies. Durch Anwendung von flüssiger Luft als Abkühlungsmittel gelang es, 25 cc Argon als klare bewegliche Flüssigkeit zu erhalten, worin weisse Flocken eines festen Körpers schwammen. Die ersten Antheile des siedenden Argons enthielten nach der spectrokopischen Untersuchung ein neues Element, Neon. Auf Grund der Löslichkeitsunterschiede wurde dasselbe von dem begleitenden Helium und Argon zu reinigen versucht. Als Lösungsmittel diente flüssiger Sauerstoff. Das so erhaltene Gas besass eine Dichte von 10,04. In den schwereren Fractionen der flüssigen Luft fand Verf. drei neue Gase, die jedoch noch nicht argonfrei erhalten wurden, das Metargon, das Krypton, welches durch drei Linien in Roth, Gelb und Grün ausgezeichnet ist, und als das schwerste das Xenon mit einer vorläufig an nicht ganz reinem Gase bestimmten Dichte von 32,5. Vielleicht füllt dieses Element die Lücke zwischen Rubidium und Brom aus. Die wahre Dichte des Argons dürfte nicht weit von 19,96 liegen. T.B.

Zur titrimetrischen Zinnbestimmung in Zinnoxysalzen wird nach A. Fraenkel und J. Fasal (M. Wien 1898, 227) von der zu untersuchenden Zinnoxysalzlösung eine 0,2 bis 0,4 g Zinn enthaltende Menge in einen Kolben gebracht, mit einigen Tropfen concentrirter Salzsäure versetzt und etwa 0,5 bis 1 g Aluminiumdraht zugegeben. Unter gelindem Erwärmen wird die Zinnausscheidung eingeleitet. Ihre Beendigung kann an der alsdann reichlicher eintretenden Wasserstoffentwicklung sowie daran erkannt werden, dass ein neuerdings zugesetztes Stückchen Aluminiumdraht sich mit keiner Schicht von Zinn mehr überzieht. Dies ist in etwa  $\frac{1}{2}$  Stunde der Fall. Nunmehr setzt man etwa 10 cc conc. Salzsäure zu und erhitzt mit kleiner directer Flamme, bis auch die letzten Spuren von Zinn gelöst

sind und keinerlei Wasserstoffentwicklung mehr bemerkbar ist, wozu etwa 15 Minuten erforderlich sein werden. Die Titration des gebildeten Zinnchlorürs wird mit gestellter Jodlösung vorgenommen, wobei die Flüssigkeit vorher mit Natriumbicarbonat, unter Zusatz von Seignettesalz, schwach alkalisch zu machen ist. Auf eine vorübergehende Ausscheidung von Weinstein sei dabei aufmerksam gemacht. Es werden nach diesem Verfahren etwas niedrigere Werthe erhalten als bei der gewichtsanalytischen Methode, doch sind sie für technische Zwecke, insbesondere bei Vergleichsanalysen, hinreichend genau.

Hochgradige Lösungen von Natriumhypochlorit stellten M. Muspratt und E. S. Smith (J. chemical 1898, 1096) dar und untersuchten deren Beständigkeit. Beim Einleiten von Chlor in Natronlauge in der Kälte entstehen nach der Gleichung



gleiche Theile Hypochlorit und Chlornatrium. Letzteres scheidet sich bei einer bestimmten Concentration der Lauge aus. Um eine möglichst starke Lösung von Hypochlorit zu erhalten, beginne man mit einer Stärke der Lauge, dass das ausgeschiedene Salz sich leicht zu Boden setzt. Die Temperatur muss so niedrig als möglich gehalten werden, jedenfalls unter 27°, und es muss stets ein Überschuss an Alkali vorhanden sein. Von Zeit zu Zeit gibt man etwas festes Natriumhydrat zu der Lösung, da in dem Maasse, wie sich Kochsalz ausscheidet und die Reaction vorwärts schreitet, die Concentration sich verringert. Das spec. Gewicht der Lösung darf jedoch nicht so gross werden, dass das Kochsalz an die Oberfläche steigt. Von dem Zeitpunkte an bemerkt man einen starken Gehalt an Chlorat. Auf die Beständigkeit von Hypochloritlösungen übt vor allem die Gegenwart von Eisen, worauf auch die oft beobachteten Färbungen der Lösungen zurückzuführen sind, einen schädigenden Einfluss aus. Die Versuche ergaben, dass bis zu dem Punkte, wo die Abscheidung von Kochsalz beginnt, Hypochlorit sehr beständig ist. Die Beständigkeit nimmt langsam ab bis zu dem Punkte, wo alles freie Salz sich abgeschieden hat, Abwesenheit von Eisen vorausgesetzt. Darüber hinaus ist Hypochlorit absolut unbeständig, wie auch aus dem Massenwirkungsgesetze hervorgeht. Die Zersetzung verläuft nach der Gleichung  $3 \text{ Na OCl} = \text{Na Cl O}_3 + 2 \text{ Na Cl}$ . Das Auftreten von Sauerstoff erklärt sich aus der Einwirkung von Hypochlorit auf Natriumferrat, dessen Gegenwart nachgewiesen wurde. Verf. erhielten auch Krystalle von

Natriumhypochlorit. Dieselben sind feine Nadeln und entsprechen in ihrer Zusammensetzung der Formel  $\text{Na OCl} + x \text{ H}_2\text{O}$ , wo  $x$  nicht grösser als 6 ist. T. B.

Nach dem Verfahren zur Bestimmung des Ammoniaks im Gaswasser und im abgetriebenen Gaswasser von Knublauch wird das fünffach verdünnte Wasser mit Kalk behandelt, filtrirt, ein Indicator zugesetzt und mit Normalsäure titirt. Durch den Kalk ist sämmtliches vorher gebunden gewesene Ammoniak frei gemacht; zugleich enthält das Filtrat aber auch eine gewisse Menge Kalk gelöst, und zwar nach Knublauch in 50 cc so viel, als 7,4 cc halbnormaler Säure entspricht. Wenn man also von der Gesamtzahl der Cubikcentimeter halbnormaler Säure, die man auf 50 cc des nach der Vorschrift behandelten Wassers verbraucht hat, 7,4 abzieht, so entspricht der Rest dem in 10 cc ursprünglichen Gaswassers vorhandenen Ammoniak.

Versuche von Lubberger (J. Gasbel. 42, 1) ergaben, dass die Knublauch'sche Constante für jedes Gaswasser eine andere ist. Er änderte daher das Verfahren wie folgt: Man destillirt 10 cc Gaswasser mit Kalk unter Vorlegung von 30 cc  $\frac{1}{2}$  norm. Säure und titirt mit  $\frac{1}{2}$  norm. Lauge zurück. Dann verdünnt man 10 cc von dem gleichen Gaswasser mit destillirtem Wasser auf 200 bis 300 cc, färbt mit einigen Tropfen Methyloorange gelb und gibt aus einer Bürette so lange  $\frac{1}{2}$  norm. Säure zu (Schwefelsäure oder Salzsäure, Oxalsäure ist nicht brauchbar), bis die Farbe in Roth umschlägt. Aufkochen ist nicht erforderlich. Die Differenz zwischen dem Säureverbrauch bei der ersten und zweiten Bestimmung ergibt die Zahl Cubikcentimeter  $\frac{1}{2}$  norm. Säure, die dem festgebundenen Ammoniak entsprechen. Man macht etwa acht derartige Bestimmungen mit Gaswasser von verschiedenen Tagen und Wochen, nimmt das Mittel aus den Differenzzahlen und zählt es zu dem Säureverbrauch beim directen Titiren zu, da sich gezeigt hat, dass der Gehalt an fixem Ammoniak nahezu gleich bleibt. Bei Verwendung von 10 cc Gaswasser entspricht dann je 1 cc  $\frac{1}{2}$  norm. Säure 0,85 g Ammoniak im l. Man fülle die Säurebürette jedesmal bis zur Nullmarke auf und lege sich dann eine Tabelle an, in die man die Zahlen der verbrauchten Cubikcentimeter Säure (Stand der Säure in der Bürette) und den zugehörigen Ammoniakgehalt neben einander einträgt.

Zur Bestimmung des Ammoniaks im Abwasser von Ammoniakdestillationsapparaten muss man nach Knublauch 3 Stunden

stehen lassen. Um schneller zum Ziele zu kommen, gibt man in einen Rundkolben von 400 cc Inhalt drei nussgrosse Stücke reinen gebrannten Kalkes, giesst von dem abgetriebenen Wasser, heiss, wie es aus dem Apparat kommt, so viel in den Kolben, dass er etwa halb voll wird, verstopft ihn sofort und schüttelt mässig um. Die Flüssigkeit muss dabei eine tiefbraune Farbe annehmen. Geschieht dies nicht, so schüttelt man sie derart, dass sie in innige Berührung mit der Luft in dem Kolben kommt; die Färbung wird sich dann alsbald einstellen. Sowie sich der Kalk gelöst hat, nach wenigen Minuten, kühlt man unter der Wasserleitung. Dann filtrirt man 50 cc durch ein Faltenfilter in ein kleines Messkölbchen (das Filtrat muss blank sein, man lässt unter Umständen die ersten trübe durchgehenden Tropfen weglaufen), giesst den Inhalt des Kölbchens in ein Becherglas und spült dreimal mit destillirtem Wasser nach. Dann setzt man so lange aus einer Bürette  $\frac{1}{2}$  norm. Salzsäure zu (hier kann auch Oxalsäure verwendet werden, 36,5 g im l), bis die Farbe der Flüssigkeit plötzlich von braun in hellgelb übergeht. Von den verbrauchten Cubikcent. Säure zieht man so viel ab, als dem Kalk entspricht, der in den 50 cc gelöst war; der Rest ist zur Sättigung des Ammoniaks gebraucht worden. 1 cc halbnorm. Säure ist gleich 17 g  $\text{NH}_3$  in 100 000 Th. bei Verwendung von 50 cc abgetriebenen Wassers. Wenn man die Säurebürette immer bis zur Nullmarke auffüllt, kann man sich auch hier eine Tabelle anlegen, aus der zu jedem Stand der Säure beim Farbumschlag der Gehalt des Wassers an Ammoniak entnommen werden kann.

Die Einwirkung von Kupfer auf Ammoniumsulfid gibt nach Th. Chandelon (Bull. Assoc. 12, 274) ein Mittel, um Ammoniumsulfidlösungen farblos zu halten. Gelbe Lösungen werden durch Einführen eines blanken Kupferbleches unter Schwärzung desselben sehr bald entfärbt, während Ammoniummonosulfid ohne Einwirkung auf Kupfer ist. Es zeigte sich ferner, dass so entfärbte Lösungen kein Kupfer gelöst enthalten, wenn der Gehalt an  $\text{H}_2\text{S}$  4 g in 100 cc nicht überschreitet. Auf gelbe Natrium- und Kaliumsulfidlösungen wirkt Kupfer langsamer ein. Blankes Kupfer bietet ein brauchbares Reagens zur Erkennung geringer Mengen von Polysulfiden in Schwefelammonium. Da es ferner auf Tetrathionate zersetzend wirkt unter Bildung von Schwefelkupfer, auf Natriumhyposulfid jedoch ohne Einwirkung ist, so lassen sich Verunreinigungen des letzte-

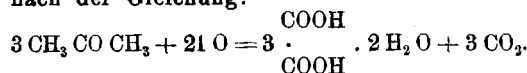
ren mit Thionaten auf diese Weise erkennen. T. B.

Zusammenstellung der loco Preise für 1 k Stickstoff franco Bord Hamburg netto gegen Casse in Pfennigen; gef. mitgetheilt von Dr. W. Weitz.

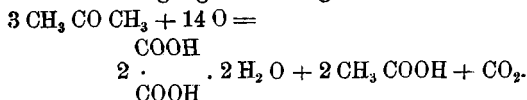
| 1898      | N in<br>Chilisalpeter<br>zu 15,5 Proc. N | N in<br>schwefelsaurem<br>Ammoniak<br>zu 20 Proc. N |
|-----------|--|---|
| 1. Jan.   | 90                                       | 93,3  |
| 15. "     | 91                                       | 96,3  |
| 1. Febr.  | 88,8                                     | 101,5   |
| 15. "     | 89,8                                     | 99,0  |
| 1. März   | 88,8                                     | 98,2  |
| 15. "     | 93,8                                     | 93,2  |
| 1. April  | 90,5                                     | 91,0  |
| 15. "     | 87,8                                     | 91,0  |
| 1. Mai    | 89,8                                     | 88,3  |
| 15. "     | 92,0                                     | 92,0  |
| 1. Juni   | 91,6                                     | 93,0  |
| 15. "     | 96,0                                     | 91,0  |
| 1. Juli   | 94,2                                     | 92,5  |
| 15. "     | 100,0                                    | 96,4  |
| 1. August | 90,4                                     | 95,0  |
| 15. "     | 90,4                                     | 100,5   |
| 1. Sept.  | 90,0                                     | 101,5   |
| 15. "     | 89,0                                     | 100,3   |
| 1. Oct.   | 88,8                                     | 98,0  |
| 15. "     | 90,6                                     | 96,0  |
| 1. Nov.   | 90,6                                     | 96,0  |
| 15. "     | 92,0                                     | 100,3   |
| 1. Dec.   | 92,5                                     | 100,3   |
| 15. "     | 91,5                                     | 100,3   |

### Organische Verbindungen.

Über die Oxydation von Aceton mit Kaliumpermanganat stellte E. v. Cochenhausen (J. prakt. 58, 451) Versuche an. Im Gegensatz zu Hercz und Anderen, nach welchen Dimethylketon bei der Oxydation in Essigsäure und Kohlensäure übergeht, fand Verf., dass dasselbe bei Anwendung grösserer Mengen von Permanganat Oxalsäure liefert, und zwar nimmt die Menge des letzteren mit der des angewandten Oxydationsmittels zu. Der Process verläuft dann nach der Gleichung:



Bei Zufuhr von weniger Sauerstoff vollzieht sich der Vorgang etwa folgendermaassen:



Auch dann entstehen grosse Mengen von Oxalsäure, welche Hercz vielleicht deshalb nicht gefunden hat, weil dieselbe bei der von ihm angestellten Prüfung auf flüchtige Säuren durch Destillation mit Schwefelsäure in Kohlenoxyd und Kohlensäure zerfallen ist. In der Praxis wird nun bei der Prüfung des Wollfettes auf Glyceride nach der Me-