

lichkeit; als Diaphragma soll eine besonders hergestellte Scheidewand gut wirken. Die Platten werden in der Weise hergestellt, dass dem Cement Kochsalz beigemischt wird, welches sich dann später löst und so einen porösen Körper erzeugt. Auf derselben Grundlage beruht ein neueres Patent, nach welchem Schwefel dem Cement beigemischt und durch Schwefelkohlenstoff nachher wieder gelöst wird.

Unorganische Stoffe.

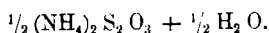
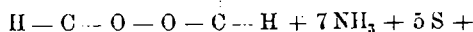
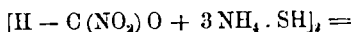
Bei der Bestimmung der Borsäure nach F. A. Gooch und L. C. Jones, die darin besteht, dass das Borat mit Essig- oder Salpetersäure behandelt, mit Methylalkohol destilliert, das Destillat mit Calciumoxyd eingedampft und der Rückstand geglüht wird, ist nach Angabe der Verff. (Z. anorg. 19, 417) die Anwendung einer grösseren Menge Kalk nur nothwendig, wenn sehr viel Salpetersäure zur Destillation verwandt wird. Dann zeigt unter Umständen, namentlich bei weniger Kalk, das zur Trockne verdampfte Gemisch von Calciumhydroxyd und Borat Neigung zu verpuffen, wenn man gleich nach dem Trocknen mit dem Verglühen des Rückstandes beginnt. Man soll deshalb Salpetersäure nur eben bis zur sauren Reaction zusetzen und erhält dann auch bei Verwendung geringerer Kalkmengen ziemlich genaue Resultate. Die ganze Schwierigkeit fällt fort, wenn man statt der Salpetersäure Essigsäure benutzt. Thaddeeff rath von der Verwendung des Calciumoxyds ab, weil es sehr hygroskopisch ist und deshalb nur schlecht zur Wägung gebracht werden kann. Er will die Borsäure in Form von Kaliumborofluorid zur Wägung bringen (vgl. Z. anal. 36, 568). Verff. halten diese Methode nicht nur für sehr umständlich, sondern auch für ungenau, da sich, wie sie fanden, beim Trockendampfen des Salzgemisches in Gegenwart freier Flusssäure ein Theil der Borsäure verflüchtigt. Das Calciumoxyd lässt sich übrigens sehr gut zur Gewichtsconstanz bringen. Bei Versuchen, ein geeignetes Material von geringerer Hygroskopicität als Absorptionsmittel für die Borsäure ausfindig zu machen, fanden sie Natriumwolframat geeignet, das mit einem geringen Überschuss Wolframsäure geschmolzen ist, doch ist es zweckmässig, das Wolframat längere Zeit mit dem Destillat in Berührung zu lassen, ehe es an der Luft verdampft wird. T. B.

Titerstellung in der Jodometrie. J. Wagner (Z. anorg. 19, 427) vergleicht verschiedene Oxydationsmittel, die Chro-

mate des Kaliums, die Bromate und Jodate von Kalium und Natrium, sowie Kaliumbijdod in Bezug auf ihre Brauchbarkeit zur Titerstellung von Thiosulfatlösungen. Als Vergleichssubstanz benutzte er Kaliumbichromat. Es zeigte sich, dass sämtliche angeführten Oxydationsmittel einen kleineren Wirkungswerth zeigen als dieses, und dass derselbe auch trotz wiederholten Umkrystallisirens der reinsten Producte sich nicht ändert. Verf. führt dieses darauf zurück, dass Chromsäure, die auf die Reaction zwischen Bromsäure und Jodwasserstoff beschleunigend wirkt, auch die Einwirkung des in jeder Flüssigkeit gelösten Sauerstoffs auf Jodwasserstoff katalytisch beschleunigt. Als Zwischenproducte nimmt er dabei die Existenz von Jodchromsäure an. Für die Praxis ergibt sich daraus der Schluss, dass man Kaliumbichromat als Mittel zur jodometrischen Titerstellung verwerfen muss. Allenfalls kann es zu Vergleichszwecken dienen. Am meisten Empfehlung verdienen Kaliumbijdod und Kaliumbromat, weil sie sich am leichtesten reinigen lassen. Verf. betont, dass die Ausführung aller jodometrischen Bestimmungen, bei denen freies Jod titirt wird, stets in Flaschen geschehen muss, da sich aus Bechergläsern, wenn die Concentration nicht sehr gering ist, stets Jod verflüchtigt. T. B.

Denitrirung von Schiessbaumwolle mit Sulfiden, wobei ein Product entsteht, das man als völlig denitrirt betrachten kann, bespricht Th. Chandelon (Bull. Assoc. 1899, 10). Taucht man Schiessbaumwolle in eine 5 bis 20 proc. Lösung von Ammoniumsulfhydrat, so steigt die Temperatur, es scheidet sich Schwefel aus, dessen Menge bis 83,3 Proc. des im Sulfhydrat enthaltenen betragen kann, und es tritt Ammoniakgeruch auf. Gleichzeitig lassen sich in der Flüssigkeit Ammoniumhyposulfit und geringe Mengen von Nitriten und Nitraten nachweisen. Es hat sich gezeigt, dass das Ammoniak nicht ausschliesslich aus dem Sulfhydrat stammt, sondern z. Th. durch Reduction der NO₂-Gruppe entstanden sein muss, indem der Ammoniakgeruch auch bei Verwendung von Calciumsulfhydrat als denitrirendes Mittel auftrat. Die Denitrirung ist fast vollständig, da 1 g Substanz im Lunge'schen Nitrometer nur 1 bis 2 cc N liefert. Trotz grosser Ähnlichkeit ist die regenerirte Baumwolle nicht als identisch mit Cellulose anzusehen. Dafür spricht schon die verschiedene Festigkeit von denitrirter und ursprünglicher Cellulose im trocknen und im aufgeweichten Zustande. Erstere zerreisst feucht um vieles

leichter als diese, während sie trocken dieselbe Festigkeit zeigen. Da künstliche Seide auch diesen Mangel aufweist, so lässt sich praktisch darauf ein Unterscheidungsmerkmal für künstliche und natürliche Seide gründen. Verf. bestimmte die Mengenverhältnisse der Körper, die bei der Einwirkung von Ammoniumhydrosulfid auf Schiessbaumwolle entstehen. Das Verhältniss zwischen dem Gesamtschwefel und dem Theile, der zu Hyposulfit oxydirt wird, wurde zu 6 : 1 gefunden. Verf. stellt darauf folgende Gleichung auf:



Er glaubt diese oder eine ähnliche Constitution für die denitrirte Cellulose wegen ihrer Verschiedenheit von der ursprünglichen annehmen zu dürfen. Es würde dann zuerst das NO_2 -Radical abgespalten werden. Dasselbe würde z. Th. zu NH_3 reducirt, z. Th. in $N_2O_3 + O$ zerfallen, wodurch das Auftreten von Nitriten eine Erklärung fände. Verf. weist auf die Ähnlichkeit hin, die zwischen der Reduction von Schiessbaumwolle durch Ammoniumsulfhydrat und der Reduction von aromatischen Nitrokörpern durch Schwefelwasserstoff bei Gegenwart von Ammoniak in alkoholischer Lösung besteht, $C_6H_5NO_2 + 3H_2S = C_6H_5NH_2 + 3S + 2H_2O$, wonach Nitrocellulose eher als Nitroderivat als als Salpetersäureester erscheint. T. B.

Über die Verflüchtigung von Eisenchlorid beim Eindampfen seiner sauren wässerigen Lösungen. Fresenius kommt auf Grund umfassender Versuche zu dem Schlusse, dass eine Verflüchtigung von Eisenchlorid nicht stattfindet. L. L. de Koninck (Bull. Assoc. 1899, 5) untersucht, angeregt auch durch die das Gegentheil ergebenden Resultate A. Vogel's, gleichfalls diese Verhältnisse, wobei er im Gegensatz zu Fresenius, der den Verlust an Eisen ermittelte, den Eisengehalt des Destillats zu bestimmen sucht. Er kommt zu dem Schlusse, dass entgegen der Ansicht A. Vogel's Eisenchlorid auch in stark saurer Lösung mit Wasserdämpfen sicher nicht flüchtig ist, wenn die Temperatur unter dem Siedepunkte des Wassers liegt, wie dies beim Eindampfen auf dem Wasserbade der Fall ist, dass dagegen Eisenchlorid sich verflüchtigt, wenn auch nur in Spuren, sobald man Chlorid oder Oxydchlorid in festem Zustande in saurer Atmosphäre auf über 100° erhitzt, wie es beim Eindampfen auf freiem Feuer oder auf

dem Sandbade leicht geschehen kann. Unter den in der Analyse gewöhnlich vorkommenden Bedingungen sind, wie auch die Versuche von Fresenius ergeben haben, die so entstandenen Verluste an Eisen zu vernachlässigen. T. B.

Bestimmung der Schwefelsäure bei Gegenwart von Eisen. G. Lunge (Z. anorg. 19, 454) wendet sich gegen die Angaben von Küster und Thiel (Z. anorg. 19, 97), dass die Methode von Lunge zur Bestimmung der Schwefelsäure in Gegenwart von Eisen „umständlich und zeitraubend“ und ungenau sei, da der mittels Ammoniak gefällte Niederschlag von Eisenhydroxyd durchschnittlich 0,5 Proc. Schwefelsäure zurückhalte. Er zeigt, dass seine Methode in geübter Hand nur etwa die Hälfte der Zeit in Anspruch nimmt, wie die von Küster und Thiel. Ferner hat er selbst mit Anfängern genaue Resultate erzielt, wobei zur Controle der Eisenniederschlag mit Soda geschmolzen und der wässrige Auszug auf Schwefelsäure geprüft wurde. Fehler von 7 Proc., wie sie Thiel gefunden hat, hält er unter allen Umständen für unmöglich.

Farbstoffe.

Einige Chlor-, Brom- und Nitrophenetidine und einige daraus erhältliche Azofarbstoffe haben F. Reverdin und F. Düring (Ber. deutsch. 32, 152) dargestellt, um den Einfluss zu studiren, den das in o-, m- oder p-Stellung zur Amidogruppe befindliche Chlor- oder Bromatom auf die Nüancen und die anderen Eigenschaften der Azofarbstoffabkömmlinge auszuüben im Stande ist. Sie beschreiben p-Chlor-o-Amidophenetol, Dichlor-p-Amidophenetol, o-Chlor-p-Amidophenetol, p-Chlor-m-Amidophenetol, 2-Chlor-5-Amidophenetol, o-Brom-p-Amidophenetol, p-Brom-o-Amidophenetol, p-Nitro-o-Amidophenetol, m-(5)-Nitro-o-(2)-Amidophenetol. Die verschiedenen Basen wurden theils zur Erzeugung von Farbstoffen auf der mit β -Naphтол gebeizten Faser benutzt, theils wurden aus ihnen Azofarbstoffe dargestellt, insbesondere die Combinationen mit Salicylsäure, mit Naphtholsulfosäure-1,4, mit R-Salz, mit Amidonaphtholsulfosäure G und mit Chromotropsäure. Verff. kommen zu folgenden Schlüssen:

1. Beim Druck besitzt der auf der Faser mittels der Chlorderivate entwickelte β -Naphтолazokörper eine orangerothe Nüance, gelber, minder lebhaft und weniger lichtbeständig, als der mit den Bromderivaten als Ausgangsproduct erhaltene Azokörper. Derjenige der Base