

Es empfiehlt sich, die Auslaufenden *b* der Rohre *a*, wie in den Fig. 229 und 230 im Längsschnitt und Querschnitt in Einzeldarstellung veranschaulicht ist, mit Dämmen *c* auszustatten, wodurch die Oberflächenberührung zwischen Gas und Flüssigkeit ausgedehnter und anhaltender gestaltet wird. Überdies halten die Dämme *c* auch etwa sich absetzende Unreinigkeiten u. s. w. wirksam zurück, so dass ein Product von höherer Reinheit erzielt wird.

Im Bedarfsfalle kann man die Absorptionsrohre mit Flüssigkeit berieseln, die man oben vermittels Brauserohres *G* auffallen lässt und unten durch eine geeignete Vorrichtung *H* wieder auffängt, soweit sie nicht verdampt ist.

### Wasser und Eis.

Zur Bestimmung des Sauerstoffs im Wasser benutzt L. Mutschler (Z. Unters. 1899, 481) folgende Abänderung der Mohr'schen Methode: Eine gewöhnliche, starkwandige, etwa 1 l haltende Flasche von bekanntem Inhalt wird mit dem zu untersuchenden Wasser völlig gefüllt. Die Reagentien,  $\frac{1}{10}$  N.-Ferroammoniumsulfatlösung, Natronlauge und Schwefelsäure, werden in dünnwandige Gläschen eingeschmolzen, wobei darauf zu achten ist, dass möglichst wenig Luft eingeschlossen wird. Die Menge Ferrosalz muss genau bekannt sein, bei den anderen ist es nicht nöthig. Das Schwefelsäurefläschchen wird mit Hülfe eines angeschmolzenen Glasstabes in der mittleren Bohrung eines Kautschukpfropfens befestigt, durch eine seitliche Bohrung führt ein Glasröhrchen, welches den Zweck hat, beim Aufsetzen des Stopfens auf die mit Wasser gefüllte Flasche dem Wasser einen Austritt zu gestatten, und welches durch einen Gummischlauch und Glasstab verschlossen wird. Man bestimmt das Volumen der drei Reagensfläschchen zusammen mit einer Achat- oder Glaskugel, indem man alle vier in einen Messcylinder mit Wasser bringt und die Volumzunahme abliest, bringt sie dann in die die Wasserprobe enthaltende Flasche und zertrümmert nach Aufsetzung des Stopfens mit Hülfe der Kugel die Flasche mit dem Ferrosalz und der Natronlauge. Durch Hin- und Herschütteln der Flasche bringt man das entstandene Eisenoxydul in innige Berührung mit dem Wasser. Diese Operationen können im Freien ausgeführt werden und es kann, da die Luft völlig ausgeschlossen ist, die Probe, auch wenn die Operation so weit gediehen ist, lange Zeit aufbewahrt werden. Es wird dann weiter die Schwefel-

säureflasche zerbrochen; man giesst, nachdem der Niederschlag sich gelöst hat, die Flüssigkeit in ein Becherglas, spült Flasche und Glassplitter mit abgekochtem Wasser ab und titrirt den nicht oxydirten Rest des Ferrosalzes mit Chamäleon. Der in der Flasche entstehende Druck ist äusserst gering. T. B.

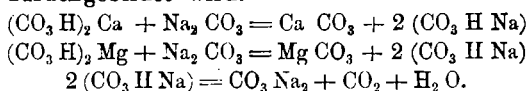
Die Crodoquelle in Harzburg. Nach R. Otto und J. Troeger (Arch. Pharm. 1899, 149) hat das Wasser dieser Quelle folgende Zusammensetzung:

|                      |                      |
|----------------------|----------------------|
| Kieselsäure          | 0,01680 g in 1000 g. |
| Phosphors. Calcium   | 0,00074              |
| Kohlens. Calcium     | 0,13145              |
| Schwefels. Calcium   | 0,39588              |
| Bromkalium           | 0,00196              |
| Chlorkalium          | 0,20885              |
| Salpeters. Natrium   | 0,00510              |
| Schwefels. Natrium   | 0,57627              |
| Chlornatrium         | 14,87706             |
| Chlormagnesium       | 0,31361              |
| Chlorammonium        | 0,00033              |
| Kohlens. Eisenoxydul | 0,00204              |
|                      | 16,53309             |

Für die Reinigung von Wasser für industrielle Zwecke ist die Kenntniss der Menge der freien und halb gebundenen Kohlensäure sowie der vorhandenen Chloride und Sulfate und somit der zur Überführung der letzteren in Carbonate nöthigen Menge Soda unerlässlich. L. Vignon und L. Meunier (Mon. sc. 54, 487) verfahren dazu folgendermaassen: Die Einwirkung von Kalkwasser auf freie oder halb gebundene Kohlensäure verläuft schnell und vollständig in einer Lösung, die 50 Proc. Alkohol enthält, wegen der Unlöslichkeit des Calciumcarbonats in Alkohol. Gleichzeitig sind, weil in fester Form vorhanden, die Carbonate ohne Einfluss auf Phenolphthalein. Man gibt in ein 100 cc-Gefäss 50 cc in einer Nickelschale aufgekochtes destillirtes Wasser, füllt mit aufgekochtem 93 proc. Alkohol auf 100 cc auf, lässt erkalten, setzt 10 Tropfen einer Phenolphthaleinlösung und 1 cc conc. Kalkwasser ( $1,8 \text{ g Ca (OH)}_2$  in 1 Liter) hinzu. Die Lösung wird zum Vergleiche benutzt. Ebenso verfährt man unter Anwendung von 50 cc des zu untersuchenden Wassers. Man setzt Kalkwasser hinzu, bis die Färbung mit der der Vergleichsprobe übereinstimmt. Ist *n* die Anzahl der verbrauchten cc nach Abzug des einen in der Vergleichsprobe enthaltenen cc, so ist das Volumen der freien und halb gebundenen Kohlensäure  $V = n \cdot 10,8$ .

Die Bestimmung der zur Zersetzung der Chloride und Sulfate nöthigen Menge Soda beruht ebenfalls darauf, dass die Umsetzung in Gegenwart von Alkohol rasch und vollständig verläuft. Man macht sich wieder

eine Vergleichsprobe in derselben Weise wie oben mit 50 cc ausgekochtem, destillirtem Wasser und Zusatz von 3 cc Sodalösung (1 g im Liter). Man kocht dann 50 cc des zu untersuchenden Wassers in einer Nickelschale aus, giesst in das graduirte Gefäss, spült mit destillirtem Wasser nach, füllt mit Alkohol auf 100 cc auf, setzt 10 Tropfen Phenolphthalein und dann Sodalösung hinzu, bis die Färbung gleich der der Vergleichsprobe ist. Ist  $n$  die Anzahl der verbrauchten cc nach Abzug von 3 cc, so ist die für die vollständige Umsetzung der Chloride und Sulfate nöthige Menge Soda für 1 cbm Wasser =  $20 n$  g. Für die dem Gebrauche vorhergehende Reinigung des Wassers auf chemischem Wege berechnet sich ein Zusatz von 36 n g gelöschtem Kalk für 1 cbm Wasser und  $20 n$  g Soda. Diese Mengen sind jedoch nur theoretische und entsprechen einem vollständigen Verlauf der Reactionen. In Wirklichkeit sind dieselben jedoch stets unvollständig und von verschiedenen Bedingungen (Temperatur, Dauer der Einwirkung u. s. w.) abhängig, was zu berücksichtigen ist. Bei Wasser, welches ohne vorhergehende Reinigung zur Speisung von Dampfkesseln benutzt werden soll, hat man für 1 cbm Wasser, wenn  $V$  das Volumen Kohlensäure im  $l$  ist,  $P = 4760 \cdot V$  g Soda ein für alle Mal zuzusetzen, da diese Menge immer wieder zurückgebildet wird.



T. B.

### Unorganische Stoffe.

Das Verfahren zur Überführung der flüssigen Schwefelphosphide  $\text{P}_4\text{S}$  und  $\text{P}_2\text{S}$  oder eines Gemenges beider in feste amorphe Modificationen von H. Biermann (D.R.P. No. 105 241) besteht darin, dass zunächst in bekannter Weise durch Zusammenschmelzen von gelbem Phosphor mit Schwefel in dem entsprechenden Gewichtsverhältnisse unter Wasser die Schwefelphosphide hergestellt und durch Abkühlen zum Erstarren gebracht werden. Das Wasser, unter welchem die Schmelzung stattfand, wird abgegossen und das zurückbleibende Schwefelphosphid mehrfach mit Glycerin gewaschen. Die Behandlung mit Glycerin wird, wenn nöthig, wiederholt, bis das dem Schwefelphosphid anhaftende Wasser entfernt ist. Sodann wird das Schwefelphosphid mehrere Stunden im Wasserbad unter Glycerin erhitzt. Das Glycerin wird dann mit Alkohol und Äther nach Möglichkeit entfernt und dann das Schwefelphosphid unter Luftabschluss und

unter Druck auf 300 bis  $350^\circ$  erhitzt und bei dieser Temperatur einige Zeit erhalten. In der angegebenen Weise erhält man aus dem flüssigen Product direct feste Verbindungen, welche je nach ihrer Zusammensetzung, d. h. ihrem Schwefelgehalt, orange- bis zinnberroth sind. Zur Reinigung der Stoffe behandelt man dieselben mit einem Lösungsmittel des Phosphors, beispielsweise Schwefelkohlenstoff, und mit Wasser. Diese amorphen Verbindungen lassen sich in trockenem Zustande monatelang unzersetzt aufbewahren, ohne dass eine Abschlüssung der Luft durch Wasser stattfinden muss. Die festen Verbindungen besitzen den Vortheil, beständiger als die flüssigen Schwefelphosphide zu sein und daher, weil sie sich erst bei verhältnissmässig höherer Temperatur entzünden, gefahrlos gewerblich verwendet werden zu können.

Die Constitution des Ammoniummagnesiumphosphats suchten F. A. Gooch und M. Austin (Chem. N. 79, 233) zu ermitteln. Bei Zusatz von viel Ammoniak wird der Magnesiumgehalt stets zu hoch gefunden. Nichts destoweniger enthält der Magnesium-Ammoniumphosphat-Niederschlag weder Chlorammonium noch Phosphorsalz eingeschlossen. Die Gewichtszunahme muss also auf einem chemischen Einflusse der Reagentien beruhen, d. h. es muss ein Phosphat gebildet werden, welches reich an Ammonium und arm an Magnesium ist. Verff. nehmen die Gegenwart eines Salzes  $(\text{NH}_4)_4 \text{ Mg} (\text{PO}_4)_2$  an, welches beim Glühen  $\text{Mg} (\text{PO}_3)_2$  liefern würde. Von einem derartigen Salze würde der Magnesiumammoniumphosphatniederschlag oft beträchtliche Mengen enthalten. Diese Fehlerquelle lässt sich vermeiden, wenn man zunächst von dem Niederschlage die klare Flüssigkeit abgiesst, den Niederschlag in wenig Salzsäure löst, ihn nach dem Verdünnen mit einem schwachen Überschuss an Ammoniak wieder ausfällt, filtrirt und mit schwach ammoniakalischem Wasser auswäscht. Sehr empfehlenswerth ist auch die von W. Gibbs angegebene Methode, wonach man die Lösung des Magnesiumsalzes zunächst mit Phosphorsalz kocht und nach dem Erkalten Ammoniak zusetzt. Die Anwendung von starkem Ammoniak ist zwecklos und schädlich.

T. B.

Zur Wiedergewinnung von Jod aus Rückständen werden dieselben nach F. D. Chattaway und K. J. P. Orton (J. Chemical 18, 560), ob sie löslich oder unlöslich, organische Rückstände oder Jodate sind, auf dem Wasserbade mit Königswasser