

im Wasserbad in üblicher Weise eingedampft und die Kieselsäure gewogen.

Eine Bestimmung des Schwefels, die nach den gewöhnlichen Methoden unmöglich ist, gestattet die Methode auch. Man hat nur die entsprechend größere Einwage (etwa 10 bis 15 g) in gleicher Weise wie oben zu behandeln, die Kieselsäure abzuscheiden und das Eisen aus dem Filtrat zu fällen, wonach die Schwefelsäure mit Chlorbaryum niedergeschlagen wird.

Beim Schmelzen werden die Tiegel etwas angegriffen und innen geschwärzt, sie halten aber doch mehrere Analysen aus. Die schwarze Substanz besteht aus Nickeloxyd, das mit etwas Säure und Zink leicht zu entfernen ist. Vermutlich sind auch Eisentiegel gut brauchbar.

Die in dieser Weise von mir ermittelten Siliciumgehalte eines und desselben Silicids

zeigten sehr gute Übereinstimmung und da die Methode ganz glatt geht, so kann ich dieselbe den Interessenten bestens empfehlen.

Chemisches Laboratorium der Alby Carbidsfabrik (Schweden) im September 1903.

Berichtigung.

In meiner Arbeit über maßanalytische Meßgeräte findet sich (auf S. 957 dieser Zeitschr.) die Angabe, Herr Prof. Wagner habe Korrekturen, die für metrische Maße gelten sollten, irrtümlich für Mohrsche Maße berechnet. Zu meinem Bedauern habe ich dabei übersehen, daß Herr W. berechnet hat und auch berechnen wollte, welchen Raum eine bei t° in einem auf 15° justierten Gerät gemessene Flüssigkeit bei 15° einnimmt. Diese Korrekturen aber haben, in den betr. Einheiten ihrer Systeme ausgedrückt, in beiden Systemen dieselben numerischen Werte.

W. Schloesser.

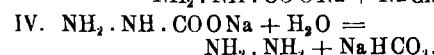
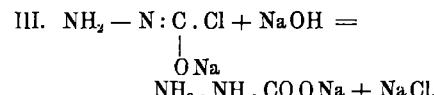
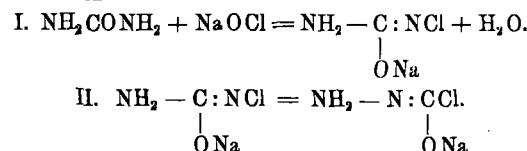
Sitzungsberichte.

Sitzung der Russischen physikalisch-chemischen Gesellschaft zu St. Petersburg. Vom 2/15. Oktober 1903.

P. Schechtakoff berichtet über die Wirkung der Hypochlorite auf Harnstoff und dessen Derivate. Harnstoff stellt das Amid der einfachsten Aminocarbonsäure vor und muß deswegen, ganz analog der bekannten Hofmannschen Darstellungsmethode von Aminen aus den entsprechenden Säureamiden, bei Einwirkung von Natriumhypochlorit Hydrazin liefern:

$$\text{NH}_2\text{CONH}_2 + \text{NaOCl} = \text{CO} + \text{NaCl} + \text{NH}_2\text{NH}_2$$

Wenn man eine alkalische wässrige Harnstofflösung mit Natriumhypochloritlösung bei 5°C . zusammenmischt und dann schwach erwärmt, entsteht Hydrazin in einer Ausbeute von 20 Proz. der theoretischen; wird die Reaktion zur Vermeidung von Zersetzung des sich bildenden Hydrazins in Gegenwart von Benzaldehyd ausgeführt, so entsteht Benzaldazin, und die Ausbeute steigt bis zu 70 Proz. Erwärmst man das Reaktionsgemisch nicht, sondern läßt längere Zeit in der Kälte stehen, so scheidet sich ein krystallinischer Niederschlag ab, dessen Zusammensetzung und Eigenschaften für die Formel $\text{C}_6\text{H}_5\text{CH} = \text{N} \cdot \text{NHCO}_2\text{Na}$ (benzalhydrazincarbonäures Natrium) sprechen. Das Silbersalz schmilzt bei 93° und liefert mit Jodmethyl den Methylester (Schmp. 138°). Bei Einwirkung von Natriumhypochlorit im Überschuß wird Harnstoff, wie bekannt, unter Abscheidung von Stickstoff zerstört. Diese Reaktion muß nach den Versuchen des Verfassers, sowie denjenigen von Graebe, Hantsch u. a. in folgender Weise verlaufen:



V. $\text{NH}_2 - \text{NH}_2 + 2\text{NaOCl} = \text{N}_2 + 2\text{H}_2\text{O} + 2\text{NaCl}$. Derivate von Harnstoff liefern Derivate des Hydrazins; so wurde aus Benzoylharnstoff Benzoylhydrazin erhalten. Die Untersuchung wird fortgesetzt.

A. Jakowkin berichtet in N. Cholins Namen über die Oxydation von Indigotinsulfosäure mit Permanganat. Reines Indigotin liefert beim Sulfitieren und Oxydieren mit Permanganat Isatinsulfosäure, wobei aber stets 13 Proz. weniger, als der Theorie entspricht, von dem Oxydationsmittel verbraucht wird. Die Ursache hiervon konnte an der oxydierenden Wirkung der Schwefelsäure auf Indigotin liegen; die Versuche zeigten aber, daß unter keinen Bedingungen Bildung von Schwefeldioxyd bemerkt werden konnte.

In W. Sernoffs Namen wird über die α -Jodpropionsäure berichtet. Diese Säure wurde beim Behandeln von Propionsäure (1 Mol.) in Chloroformlösung mit Phosphorpentachlorid ($1\frac{1}{4}$ Mol.) und flüssigem Chlorjod dargestellt. Schmp. $44,5^{\circ}$ – $45,5^{\circ}$. Auch die Salze der Säure (Lithium-, Magnesium-, Baryum- und Kupfersalz) wurden dargestellt und untersucht. — In L. Tchugaeffs Namen wird über einige Derivate der Methylxanthogensäure und über Menthene von verschiedener Herkunft berichtet. — In M. Konowaloffs Namen wird Mitteilung gemacht über Wirkung von schwacher Salpetersäure auf zyklische Ketone $\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{O}$ der Terpenreihe. Die Reaktion verläuft im allgemeinen so wie bei den Kohlenwasserstoffen, doch reagieren Kampfer und Fenchon ziemlich schwer, ungesättigte Ketone dagegen sehr leicht. Die Ketone werden bei der Reaktion nicht isomerisiert.

In A. Duschetschkins Namen wird über Darstellung von Rohfaser aus den Lignin enthaltenden Pflanzenfasern durch Einwirkung von Natriumperoxyd und Magnesiumsulfat Mitteilung gemacht. Die Sulfitecellulose (1 Tl.) liefert nach $1\frac{1}{2}$ -stündigem Erwärmen mit 2 Tl. Natriumperoxyd und 6 Tl. Magnesiumsulfat 96—97 Proz. Cellulose; die viel mehr Lignin enthaltende Jutefaser wurde

zuerst mit 1 Proz. Ätznatron $\frac{1}{2}$ Stunde lang gekocht und dann etwa 6 Stunden mit dem Oxydationsgemisch erwärmt. Die Ausbeute an Cellulose beträgt hier 78—80 Proz., d. i. in beiden Fällen also höher, wie bei den früheren Methoden. Die beschriebene Methode soll nach dem Verf. für die Kontrolle der Ausbeute bei der Papierfabrikation geeignet sein.
Sk.

Patentbericht.

Klasse 8: Bleicherei, Wäscherei, Färberei, Druckerei und Appretur.

Verfahren zum Färben von Schwefelfarbstoffen auf Baumwollstoffen mit seidenen Effektfäden. (No. 145 877. Vom 4. November 1902 ab. Aktien-Gesellschaft für Anilin-Fabrikation in Berlin.) Es wurde gefunden, daß sich Halbseide mit Schwefelfarbstoffen in der Weise färben läßt, daß nur die Baumwolle angefärbt wird, die Seide dagegen nahezu weiß bleibt, indem dem Färbebade Dextrin zugegeben wird und das Färben bei einer Temperatur unterhalb 50° erfolgt.

Patentanspruch: Verfahren zum Färben von Schwefelfarbstoffen auf Baumwollstoffen mit seidenen Effektfäden, darin bestehend, daß man dem Färbebade Dextrin zusetzt und das Färben bei einer unterhalb 50° liegenden Temperatur vornimmt.

Verfahren zum gleichzeitigen Einölen, Stärken oder Beschweren von Geweberohstoffen und zur Behandlung von Gewebefäden oder fertigen Geweben. (No. 145 015. Vom 21. März 1902 ab. Robert Stewart Carmichael, James Henri Carmichael und Frédéric Robert Carmichael in Paris.)

Der Zweck vorliegender Erfindung ist: 1. Das Einölen sowie das Stärken und Füllen oder Beschweren unter Anwendung eines einzigen Bades mit Casein zu vollziehen. 2. Die Gewebe, Fäden oder Rohstoffe in dauerhafter Weise zu stärken und zu beschweren, indem das Casein als Bindemittel der Stoffe zum Füllen oder Beschweren verwendet wird.

Patentanspruch: Verfahren zum gleichzeitigen Einölen, Stärken oder Beschweren von Geweberohstoffen und zur Behandlung von Gewebefäden oder fertigen Geweben, gekennzeichnet durch die Benutzung eines Bades, das durch Auflösen von Casein und Öl oder, im Falle der Verwendung für Gewebefäden und fertige Gewebe, auch von Casein allein in einer Seifenlösung und unter Zusatz der als Beschwermittel dienenden Masse hergestellt ist.

Klasse 12: Chemische Verfahren und Apparate.

Herstellung einer festen Hypochloritmasse. (No. 145 745. Vom 7. August 1901 ab. Louis Michel Bullier und Léon Maquenne in Paris.)

Die bisher vorgeschlagenen Verfahren zur Erzeugung einer festen Hypochloritmasse sind nicht allein umständlich und zeitraubend, sie liefern auch niederprozentige und wenig feste Produkte, die porös und voluminos sind oder freies Alkali enthalten, so daß Luft und Feuchtigkeit schnell ihre Zersetzung herbeiführen, wenn sie nicht ganz besonders sorgfältig verpackt sind. Gemäß vorliegender Erfindung gelingt es nun, ein sehr hochprozentiges, äußerst luftbeständiges, dichtes und festes Hypochlorit von geringem Volumen und bestimmtem Gehalte zu erzeugen. Dies wird dadurch erreicht, daß man Chlorkalk mit krystallisiertem Natriumsulfat ohne Anwendung von freiem Wasser und Wärme innig mengt und preßt. Es wird hierbei eine doppelte Umsetzung bewirkt, indem Natriumhypochlorit und hydratisiertes Calciumsulfat gebildet wird, welches der Masse das Gefüge erteilt. Beispielsweise können 60 Teile Chlorkalk des Handels mit 40 Teilen pulverförmigem krystallisierten Natriumsulfat gemischt und in beliebigen Formen geprägt werden. Das erhältliche Produkt eignet sich besonders zum Reinigen von Acetyengas und für alle Zwecke, wo Hypochlorite technische Verwendung finden.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung einer festen Hypochloritmasse mittels eines Hypochlorites und eines Alkalialzes, dadurch gekennzeichnet, daß eine Mischung von Chlorkalk und krystallisiertem Natriumsulfat in trockenem Zustande geprägt wird.

Verfahren zur unmittelbaren Darstellung von festem überkohlensaurem Natrium. (No. 145 746. Vom 29. Januar 1903 ab. Dr. Bauer in Stuttgart.)

Es wurde gefunden, daß das überkohlensaure Natrium auf höchst einfache Weise in quantitativer Menge unmittelbar in festem Zustande erhalten werden kann, wenn man flüssige bzw. feste Kohlensäure und trockenes krystallisiertes Natriumsuperoxydhydrat aufeinander einwirken läßt. Z. B. man mischt Natriumsperoxydhydrat und feste Kohlensäure mit der Vorsicht, daß von letzterer ein kleiner Überschuß vorhanden ist. Dieser Überschuß ist nötig zur Sicherung der exothermischen Reaktion. Unter lebhafter Reaktion bildet sich rasch ohne Sauerstoffverlust eine teigartige, sofort krystallisierende Masse, welche aus überkohlensaurem Natrium besteht. Das krystallinische, dauernd haltbare Produkt wird von dem wenigen Reaktionswasser getrennt und getrocknet. Daselbe kann in großem Maßstabe zu gewerblichen Zwecken billig erzeugt werden. Die Bildung