

Methoden und für die Bestimmung von Silber, Chlor usw. nach Volhard direkt, für die Jodometrie mittels der schönen Jodid-Jodatmethode Anwendung finden könnte. (Ich vergaß einzuschalten, daß die auf die Urlösung eingestellte Thiosulfatlösung nach der eleganten Volhard-schen Methode direkt zur Titerstellung der Permanganatlösung angewendet werden könnte.) Am besten benutzte man die Salzsäure in einer $\frac{1}{10}$ - bis $\frac{1}{20}$ -n. Lösung, die bei sorgfältiger Aufbewahrung ihren Cl- und H-Titer ein Jahr lang völlig unverändert hielt.

Ich möchte hinzufügen, daß sich die Salzsäurelösung auch in der seitdem verflossenen Zeit für alle angegebenen Titrationsmethoden durchaus bewährt hat, und daß ich sie mit Erfolg einer Vorlesung über „titrimetrische Methoden“ zugrunde gelegt habe. Ich stelle sie, wie Raschig, aus Wasser und trockenem Salzsäuregas dar; allerdings wage ich es nicht, den Gehalt an Salzsäure, wie Raschig, aus einer einfachen Wägung abzuleiten, sondern stelle mir einen großen Vorrat her und analysiere die Lösung durch gewichtsanalytische Bestimmung des Chlor gehaltes, was im Goochtiegel schnell und genau auszuführen ist.

Dabei gebrauche ich die Vorsichtsmaßregel, das Chlorsilber nach dem Klären auf dem Wasserbade eiskalt zu filtrieren und mit gut gekühltem Wasser auszuwaschen. Sind Lösung und Waschwasser warm, so trübt sich das anfänglich klare Filtrat stets ein wenig beim Hinzutreten der ersten Portion Waschwasser. Denn Silberchlorid ist in Wasser merklich löslich, und seine Löslichkeit steigt mit der Temperatur rasch an (sie beträgt nach Kohlrausch u. a. bei 18° 1,5 mg im l, bei 34° bereits 2,8 mg im l). Das im Filtrat enthaltene überschüssige Silbernitrat fällt nach dem Massen-

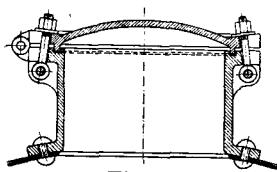


Fig. 1

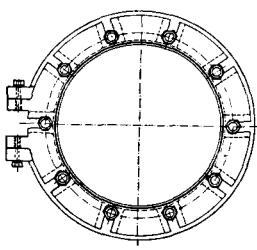


Fig. 2

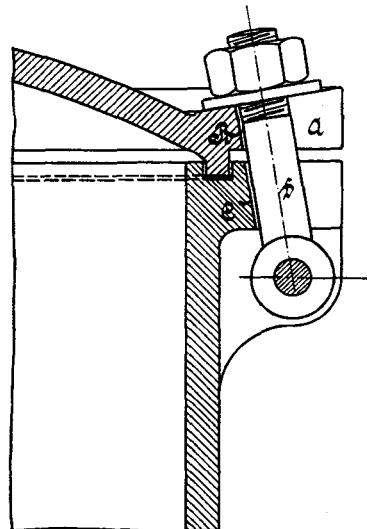


Fig. 3

gut gekühltem Wasser auszuwaschen. Sind Lösung und Waschwasser warm, so trübt sich das anfänglich klare Filtrat stets ein wenig beim Hinzutreten der ersten Portion Waschwasser. Denn Silberchlorid ist in Wasser merklich löslich, und seine Löslichkeit steigt mit der Temperatur rasch an (sie beträgt nach Kohlrausch u. a. bei 18° 1,5 mg im l, bei 34° bereits 2,8 mg im l). Das im Filtrat enthaltene überschüssige Silbernitrat fällt nach dem Massen-

wirkungsgesetz das im (warmen) Waschwasser gelöste Silberchlorid fast vollständig aus.

Filtriert man kalt und arbeitet mit ca. 1 g Silberchlorid, so fällt der durch die Löslichkeit des Chlorsilbers hervorgerufene, fast stets vernachlässigte Fehler fort, und man setzt sich durch eine einzige bequeme Analyse in den Besitz einer haltbaren Ursubstanz, die einer universellen Anwendung fähig ist.

Berlin, 1. Mai 1904.

Verschlußdeckel mit durch kegelförmige Flanschfläche erzielter Klappschraubensicherung.

Verschlußdeckel mit geraden Flächen leiden an dem Übelstand, daß Klappschrauben beim Anziehen oder infolge inneren Überdruckes der Gefäße nach außen weichen wollen und bei knapper Bemessung der Flansche abrutschen.

Hierdurch können Unglücksfälle hervorgerufen werden. Man hat deshalb eine große Zahl verwickelter und teurer Schraubensicherungen ausgeführt, wie z. B. Umlegen eines Ringes, Arrestierstifte, Federn usw.

Auf die einfachste Weise erzielt man eine vollkommene Sicherung, wenn man die obere Fläche des Deckelflansches so ausführt, wie unsere Zeichnung zeigt. Fig. 1 und 2 geben das Bild des Deckels, Fig. 3 die Teilzeichnung des Flanschenschnittes. Der Flansch A ist außen stärker wie innen, dementsprechend bilden die Linien B C Senkrechte hierzu und begrenzen das Anliegen der Schraube D. Ohne alle Mehrkosten ist der Zweck vollkommen erreicht.

Chem. Fabrik Gränau, Landshoff & Meyer, A.-G.

Referate.

I. I. Analytische Chemie.

L. J. Simon. Eine neue Reaktion des Hydroxylamins. (Compt. r. d. Acad. d. sciences 37, 986—987. 7/12. 1903.)

Fügt man zu einer verdünnten Lösung eines Hydroxylaminsalzes einige Tropfen einer sehr verdünnten Lösung von Nitroprussidnatrium sowie einen kleinen Überschuß von Ätznatron oder

Ätzkali und erhitzt langsam zum Kochen, so wird die anfangs gelbe Lösung dunkler, dann gelbrot und schließlich schön kirschrot. Durch Verdünnen geht die kirscharte Färbung in rosa über. Während des Erhitzens entwickeln sich Stickstoff und Stickstoffsauerstoffverbindungen.

Die Reaktion tritt sowohl mit dem Chlorhydrat, dem Sulfat, Oxalat und Phosphat ein