

Die Gewichts-differenz ergab	0,0024 g SO ₃
In der 1. Röhre gefunden	0,0021 g SO ₃
In der 2. Röhre gefunden	0,0008 g SO ₃
	0,0029 g SO ₃
abzüglich Konstanten	0,0010 g SO ₃
	Kondensiert 0,0019 g SO ₃
	Verlust 0,0005 g SO ₃ oder 20%.

Ein zweiter Versuch ergab:

Gewogen	0,0120 g SO ₃
Gefunden 1. Röhre	0,0095 g SO ₃
Gefunden 2. Röhre	0,0006 g SO ₃
	0,0101 g SO ₃
2 Konstanten	0,0010 g SO ₃
	Kondensiert 0,0091 g SO ₃
	Verlust 0,0029 g SO ₃ oder 25%.

Da in der 2. Röhre nur wenig mehr als die Konstante an SO₃ auftrat, konnte nicht angenommen werden, daß das Trioxyd nicht genügend Zeit gehabt hätte sich abzuschcheiden. Der Fehler mußte an anderer Stelle gesucht werden.

Die angewandte rauchende Schwefelsäure war gewöhnliche käufliche, gelb bis braun gefärbt. Es wurde nun zunächst einmal eine größere Menge derselben erhitzt (ohne Sieden) und das entwickelte Trioxyd in reine konz. Säure eingeleitet. Es zeigte sich, daß die sich zu Tröpfchen kondensierenden übergelenden Dämpfe für lange Zeit braun-gefärbt waren. Erst später verschwand die Färbung vollständig. Nun wurde die Vorlage gewechselt. Die so erhaltene 2. Partie rauchender Schwefelsäure war nur noch ganz schwach gelb gefärbt, und nachdem die Destillation oder Sublimation mit dem reineren Produkt wiederholt worden war, erhielt man eine fast farblose Säure. Letztere wurde nun zum nächsten Versuch benutzt.

Gewogen	0,0235 g SO ₃
Gefunden 1. Röhre	0,0213 g SO ₃ ^{a)}
Gefunden 2. Röhre	0,0027 g SO ₃
Summe	0,0240 g SO ₃
— 2 × Konstante	0,0010 g SO ₃
	Kondensiert 0,0230 g SO ₃
	Verlust 0,0005 g SO ₃ oder 2%.

Dieser Versuch zeigt, daß die Kondensation in den Röhren vollständig ist, und damit dürfte die Grundlage für praktische Anwendung dieser Bestimmungsmethode gegeben sein.

Einige Untersuchungen an Schwefelsäure mögen hier folgen:

Ofenart	Vol. % ^{a)} SO ₂ + SO ₃	Vol. % SO ₃	Verlust an ¹⁰⁾ S in %	
I.	15,70	0,034	0,22	(24)
	16,20	0,060	0,36	(25)
	16,00	0,048	0,29	(26)
	16,00	0,033	0,20	(27)
	15,80	0,180	1,13	(28)
	13,30	0,050	0,40	(29)
	15,20	0,130	0,86	(30)
	14,60	0,280	1,93	(31)
II.	15,00	0,117	0,78	(32)
	17,00	0,183	1,09	(33)
	16,00	0,111	0,69	(34)
	14,80	0,111	0,74	(35)
	18,70	0,096	0,52	(36)
	11,50	0,087	0,76	(37)

usw.

^{a)} Bei den vorhandenen, verhältnismäßig großen Quantitäten von Trioxyd muß das Einbringen von Wasser in die Röhre vorsichtig geschehen, am besten von e aus. Die geringste Quantität desselben erzeugt weiße Nebel, die vielleicht für eine gewöhnliche Analysenwaage unwägbare Mengen darstellen, die aber bei unvorsichtigem Arbeiten merkliche Fehler verursachen könnten.

In der zweiten Röhre traten die Nebel nicht auf. Auch bei spä-

Bei fast allen oben angeführten Versuchen wurden zwei Kondensationsröhren angewandt und die erhaltene Menge Schwefelsäure in jeder derselben gesondert bestimmt. Es zeigte sich (vorausgesetzt, die Gasgeschwindigkeit wurde genügend klein gehalten, mindestens 20 Min. für 1000 ccm), daß alles Trioxyd in der ersten Röhre aufgefangen werden konnte. Die zweite Röhre ist daher nur als eine Vorsichtsmaßregel zu betrachten. Man kann sie wahrscheinlich ganz weglassen, wenn der erste Kondensationsapparat entsprechend verlängert wird. [A. 254.]

Sauerstoffschtätzung mit Adurol.

Von L. W. WINKLER, Budapest.

(Eingeg. 20./1. 1913.)

Ich habe in dieser Z. (24, 341 u. 831 [1911]) ein Verfahren angegeben, das die Schätzung des im Wasser gelösten Sauerstoffes gestattet. Wird nämlich einer Wasserprobe Adurol und eine ammoniakalische Ammoniumbromidlösung hinzugefügt, so wird sie um so dunkler, je mehr Sauerstoff im Wasser gelöst ist. Dieses Verfahren kann auch dahin abgeändert werden, daß man die ammoniakalische Ammoniumbromidlösung nicht benötigt und zum Alkalisieren des Wassers Borax verwendet. Hierdurch wird dieses nicht nur für den Fachmann, sondern auch für den Nichtchemiker bestimmte Verfahren noch weiterhin vereinfacht.

Man gibt zur Untersuchungswasserprobe und zur Vergleichsflüssigkeit je eine Messerspitze Boraxpulver (beim Arbeiten mit Glasstöpselfläschchen von 50 ccm etwa 0,25 g), dann etwas Adurol (etwa 0,05 g), mengt und vergleicht nach etwa fünf Minuten die Farben. (Näheres siehe in den erwähnten Abhandlungen.)

Es kann auch ein Gemenge von Boraxpulver und Adurol zur Verwendung gelangen. Mischt man nämlich Adurol mit Boraxpulver, so bleibt die Mischung bei gewöhnlicher Temperatur unverändert. Bei gelindestem Erwärmen jedoch gibt der Borax Wasser ab, wodurch das Pulver zu einer braunen Masse zusammenbackt. Nimmt man aber teilweise entwässerten Borax, so bleibt die Mischung bei den in Betracht kommenden Temperaturen (Sommerhitze, Körpertemperatur) unverändert.

Man zerreibt gewöhnlichen krystallinischen Borax zu feinem Pulver und trocknet dieses unter öfterem Mischen erst bei gelinder Wärme (30–40°), nachher einige Stunden lang bei etwa 50°, wodurch ein dem oktaedrischen Borax (Na₂B₄O₇ · 5 H₂O) entsprechendes Salz zurückbleibt.

Die Mischung wird aus 1 Teil Adurol und 9 Teilen getrocknetem Boraxpulver bereitet; man kann den Borax vorteilhaft auch teilweise (zu einem Drittel) durch bei 100° getrocknetes Seignettesalz ersetzen. Hierdurch erreicht man, daß auch bei sehr hartem Wasser kein Niederschlag entsteht und das Gemenge sich im Wasser schneller löst. Die Mischung wird gesiebt. In einem braunen Medizinfläschchen mit Korkstöpselverschluß bleibt die Mischung die längste Zeit hindurch ganz unverändert. Wasserfreier Borax ist seiner Schwerlöslichkeit halber zur Bereitung der Mischung weniger geeignet.

Um nun die Sauerstoffschtätzung auszuführen, streut man in die Untersuchungswasser, resp. Vergleichsflüssigkeit enthaltende kleine Glasstöpselflaschen je etwas von dem Adurol-Boraxgemenge, verschließt die Flaschen und schüttelt sofort, um das Zusammenballen des Gemenges möglichst zu verhindern. Man verwendet vom Gemische auf eine 50 ccm-Probe nach Augenmaß etwa 0,25 g. Fünf Minuten später, nachdem der Borax sich gelöst hat, und die Flüssigkeiten den erwünschten rötlichbraunen Farbenton angenommen haben, kann der Farbenvergleich vorgenommen werden.

Es wäre naheliegend, das Adurol-Boraxgemisch der Bequemlichkeit halber zu Pastillen gepreßt in Verwendung zu

terten Versuchen in der Praxis konnte ich dieselben nicht beobachten. (Verschiedene Modifikationen von Schwefeltrioxyd?)

^{a)} Die %SO₂ + SO₃ waren mit einer Hempelschen Quecksilberbürette und Kalilaugepipette gleichzeitig bestimmt worden.

¹⁰⁾ Verlust an Schwefel durch Bildung von Trioxyd.

nehmen. Solche Pastillen lösen sich aber schwer, da der getrocknete Borax unter Wasseraufnahme zusammenbackt; ferner ist in den Pastillen auch eine beträchtliche Menge Luft eingeschlossen. Die Verwendung von Pastillen empfiehlt sich also nicht. [A. 18.]

Einfache Methode zur Erzielung konstanter Temperaturen im Bereich der Zimmertemperatur.

Von Dr. FRITZ BAHR.

(Aus dem agrikulturchemischen Institut der Universität Göttingen.)

(Eingeg. 18./12. 1912.)

Da eine große Anzahl von physikalischen Konstanten auf Zimmertemperatur, d. h. auf irgendeinen Temperaturpunkt zwischen etwa 10 und 30° bezogen werden, so ist es nicht allein für wissenschaftliche Versuche, sondern auch für manche Fälle von in der Praxis zur Verwendung gelangenden Untersuchungsmethoden von Wichtigkeit, eine längere Zeit anhaltende Temperaturkonstanz innerhalb dieses Gebietes zu erzielen. Die Erfahrung lehrt jedoch, daß gerade hier sich dem Experimentator Schwierigkeiten entgegenstellen, die bei höheren Temperaturen nicht vorhanden sind. Die einfache Heizregulierung mittels Leuchtgas und Toluolregulator oder dgl. versagt, sobald die Temperatur des Thermostaten nicht mehr wesentlich höher liegt als die Zimmertemperatur. Im allgemeinen kann man sich bei genügender Konstanz der Zimmertemperatur um so mehr nähern, je größer der Thermostat ist. Das Arbeiten mit sehr großen Thermostaten ist aber umständlich, und

man stellt daher viele Messungen im strömenden Leitungswasser an. Da aber die Temperatur desselben bei wechselnder Belastung des Leitungsnetzes starken Schwankungen unterworfen ist, so ist sie in vielen Fällen z. B. bei Messung der inneren Reibung von Flüssigkeiten nicht konstant genug. Es bedeutet



Fig. 1.



Fig. 2.

daher einen großen Vorteil, wenn es gelingt, mittels eines beliebig kleinen Thermostaten alle Temperaturen innerhalb des erwähnten Gebietes zu realisieren. Dieses ermöglicht folgende sehr einfache Einrichtung, die im wesentlichen auf eine Kombination von künstlicher Abkühlung und gleichzeitiger Heizregulierung hinausläuft. Man nehme ein gewöhnliches, nicht zu weites Biegerohr aus Glas, blase mit Hilfe einer kleinen Gebläseflamme ein seitliches Loch hinein (Fig. 1) und ziehe das Rohr an dieser Stelle zu einer Spitze aus. Man erhält dabei einen lanzettförmigen seitlichen Schlitz (Fig. 2). An einer passenden Stelle der Verjüngung schneidet man ab und biegt ein Stück daneben das Rohr in einem Winkel von 360° um, so daß es die Form eines Hebers bekommt. Diesen Heber hängt man in den gefüllten Thermostaten ein und setzt ihn in Tätigkeit. Sobald nun das Niveau des Wassers bis zu dem seitlichen Schlitz gesunken ist, fängt der Heber an, Luftblasen mitzureißen, und läßt man gleichzeitig einen nicht zu starken Strom Leitungswasser in den Thermostaten einfließen, so bleibt das Niveau des Wassers konstant. Das den Thermostaten durchströmende Leitungswasser, dessen Geschwindigkeit man bis zu einer durch die maximale Leistungsfähigkeit des Hebers bedingten oberen Grenze beliebig wählen kann, sorgt stets für die nötige Kühlung und die Genauigkeit, mit der man die gewünschten Temperaturen über und unter Zimmertemperatur innehalten kann, ist nur abhängig von der Empfindlichkeit des Heizregulators. In einem Becherglas von einem Liter Inhalt kann man bei guter Rührung und Verwendung eines guten Toluolregulators mit Leichtigkeit eine Temperaturkonstanz bis auf 0,05° erhalten. [A. 248.]

Titan- und Zirkonglas eine „neue Glasmasse“?

Von Patentanwalt Dr. B. ALEXANDER-KATZ, Berlin.

(Eingeg. 28./1. 1918.)

In Fachblättern liest man jetzt oft von Zirkon- und Titanglas als einer sog. „neuen Glasmasse“, welches sich durch hohe Wärmebeständigkeit und chemische Widerstandsfähigkeit auszeichnen soll. Das österreichische Patentblatt gibt näheren Aufschluß über diese Erfindung von Dr. Wolf-Burckhardt und Prof. Dr. Borchers. Danach besteht das Verfahren zur Herstellung der Glasmasse darin, daß „man Siliciumdioxid, wie es in wasserfreiem, reinem Zustande in der Natur vorkommt, mit Oxyden der Elemente der Kohlenstoffsiliciumgruppe, am zweckmäßigsten mit Titansäure oder mit Zirkonoxyd oder mit Titansäure und Zirkonoxyd zu einer nach den aus der Glasindustrie bekannten Methode verarbeitbaren Glasmasse verschmelzt.“

Die danach hergestellte „chemisch wie thermisch sehr beständige Glasmasse“ soll aus Quarz als Grundsubstanz und einer Lösung von Oxyden sauren Charakters und hohen Schmelzpunktes in Kieselsäure bestehen.

Die Erfinder bezwecken, wie die österreichische Patentbeschreibung angibt, ein dem Quarzglas, d. h. dem geschmolzenen Quarz mindestens gleichwertiges Glas zu erzeugen, und setzen zu dem Zwecke der Kieselsäure geringe Mengen von Oxyden zu, welche gleich der Kieselsäure sauren Charakter haben und chemisch und thermisch sehr beständig sind. Als geeignetste Oxyde werden besonders Zirkon- und Titanoxyd hervorgehoben. Mehr besagt die Beschreibung im wesentlichen nicht. Sie gibt weder über Zusatzmengen, noch über die Art der Schmelzung irgend etwas an.

Um welche Zusatzmengen es sich handelt, kann man aber aus einem Aufsatz von Thomas, dem Mitarbeiter von Prof. Borchers in Aachen, in Nr. 4 der Chemikerzeitung vom 9./1. 1912 entnehmen. Daraus ergibt sich, daß der Zusatz ein minimaler ist und zwischen 0,1 und 1,0% schwankt.

Ist es nun schon an sich unzulässig, geschmolzenen Quarz als Glas zu bezeichnen — denn Quarz ist kein Glas, die richtige Bezeichnung für das Schmelzprodukt ist Quarzglas, gleichviel ob es undurchsichtig oder durchsichtig ist —, so ruft es direkt eine Verwirrung hervor, wenn Wolf und Borchers die nach obigem Verfahren hergestellte Masse als eine „neue Glasmasse“ ansprechen und sie dadurch scheinbar von geschmolzenem Quarz unterscheiden wollen. Für die wissenschaftliche Feststellung kommt es nicht darauf an, welchen Phantasienamen man einem Stoffe beilegt. Das mag wohl für die wirtschaftliche Ausbeutung eines solchen Verfahrens wertvoll sein, ist aber nicht geeignet, darüber hinwegzutäuschen, daß die „Glasmasse“ dem Wesen nach nichts anderes ist, als geschmolzener Quarz, also Quarzglas, und in gleicher Weise, wie dieses hergestellt und verarbeitet wird. Die grundsätzlichen Unterschiede, welche zwischen Quarz und Glas bestehen, existieren zwischen geschmolzenem Quarz und der angeblich „neuen Glasmasse“ nicht. Die chemische Untersuchung von Zirkon- und Titanglas, wie es im Handel ist, ergibt folgende Zahlen¹⁾:

Zirkonglas		Titanglas	
Glühverlust	0,11%	Glühverlust	0,13%
Kieselsäure	99,04%	Kieselsäure	98,99%
Tonerde }	0,61%	Calciumoxyd }	0,71%
Eisenoxyd }	0,15%	Magnesiumoxyd }	0,05%
Zirkonoxyd	Spuren	Zirkonoxyd	0,11%
Titansäure		Titansäure	

Vergleicht man damit die Zusammensetzung¹⁾ von dem im Handel befindlichen Quarzglas, wie es nach den grundlegenden Patenten der Deutsch-Englischen Quarzschmelze in Pankow hergestellt und als Vitreosil in den Handel gebracht wird:

¹⁾ Nach den Untersuchungsergebnissen des „Chemischen Laboratoriums für Tonindustrie“ in Berlin.