

Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co., Leverkusen.

B r i l l a n t r e i n b l a u 8 G extra, ein ganz besonders klarer direkter Baumwollfarbstoff.

B e n z o f o r m r o t 2 G F und **B e n z o f o r m g e l b R** sind zwei neue direkte Farbstoffe für Nachbehandlung mit Formaldehyd, wodurch sie waschechter werden.

In der Musterkarte **B e n z o f o r m f a r b e n a u f B a u m w o l l g a r n** sind auf 43 Färbungen die 17 Farbstoffe der Firma, die sich für das Formaldehydverfahren eignen, teils allein, teils in Mischungen vorgeführt.

K a t i g e n i n d i g o C L B e x t r a k o n z. ist erheblich lebhafter und röter als die ältere CL-Marke und hat gute Echtheitseigenschaften.

P a r a i n d i g o b l a u 2 R extra gibt, auf Baumwolle gefärbt und mit diazotiertem Paranitranilin oder mit Parazol FB nachbehandelt, lebhafte Marineblaus von guter Wasch- und Lichtechnheit, die sich mit Rongalit C rein weiß ätzen lassen.

P a r a s c h w a r z O extra gibt auf gleichem Weg ein gut waschechtes tiefes Schwarz.

K a t i g e n b l a u s c h w a r z 4 B D in Pulver ist ein neuer gereinigter Schwefelfarbstoff für Baumwolldruck.

A l g o l b r a u n G in Teig, ein neuer Küpenfarbstoff von durchweg sehr guten Echtheitseigenschaften auf Baumwolle.

R h o d u l i n b l a u 3 G O wird mit Tannin gedruckt oder auf Tanninbeize gefärbt und läßt sich auch zu Buntätzten mit Rongalit C verwenden.

S o l i d d r u c k b r a u n T, **C h r o m e c h t s c h a r - l a c h B D**, **C h r o m r o t b r a u n 5 R D** und **C h r o m - b r i l l a n t v i o l e t t B'D** sind wertvolle neue Farbstoffe für Chromdruck auf Baumwolle.

A l i z a r i n i n d i g o g r a u B i . T g. ist ein neues Grau für Baumwolldruck mit Rongalit C und bietet den Vorteil, daß es beim Dämpfen keine besonderen Vorsichtsmaßregeln verlangt.

Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning.

D i a n i l g e l b 3 G N übertrifft das ältere 3 G an Licht- und Waschechtheit, **D i a n i l l i c h t r o t 8 B W** und **12 B W** zeichnen sich durch besonders gute Lichtechnheit aus, sind gegen Metalle unempfindlich und verhältnismäßig waschecht.

T h i o g e n v i o l e t t B W ist dem bekannten B-Farbstoff ähnlich, etwas blauer als dieser und liefert wasch- und kochechte Färbungen.

V e r f a h r e n z u m R e s e r v i e r e n v o n I n d i g o M L B , 2 B u n d 4 B mit **C h l o r z i n k r e s e r v e**, zwei Muster, die zeigen, daß man mit dem Verfahren sehr schöne klare, weiße und rote Reserven erzielt.

L e u k o t r o p W konz. pat. dient in Verbindung mit Hydrosulfit NF konz. zur Herstellung von Ätzmustern auf Küpenfärbungen, besonders von Indigo.

H e l l i n d o n'd r u c k s c h w a r z G, Teig ist ein schwarzer Küpenfarbstoff für Kattundruck, insbesondere für Hemden- und Blusenstoffe.

F l a v a z i n E 3 G L, **B r i l l a n t g r ü n C G** sind neue saure, **C h r o m o g e n v i o l e t t B**, **A u t o c h r o m - b l a u R G**, **A u t o c h r o m b r a u n A G** neue Chromierungsfarbstoffe, letztere von besonders guten Echtheitseigenschaften.

S a i s o n f a r b e n 1913, 120 Muster, die ein großes Gebiet behandeln, zuerst 48 Unifarben, dann Färbungen mit bunten und weißen Effekten, die bunten nach einem neuen Verfahren, D. R. P. 237 338, hergestellt, das die Herstellung von im Stück gefärbten Kontrastfarbeffekten erlaubt.

T o l y l b l a u a u f H e r r e n s t o f f e n, 16 Muster von Marineblau bis Blauschwarz.

Färbungen auf H a l b w o l l s t o f f mit **Kunstseide** effekten. 20 Unifarben, zum größten Teil nach patentiertem Verfahren hergestellt.

Farbwerk Mühlheim.

L o s e W o l l e, ein Musterbuch mit 81 Färbungen und genauen Rezepten.

H a l b w o l l e c h t s c h w a r z B B L u n d T L, zwei neue Farbstoffe von besonders guter Lichtechnheit.

A n t h r a c h r o m b l a u B R, ein Dunkelblau für Echtfärberei.

J. R. Geigy.

P o l a r r o t G konz. und **R k o n z**, geben mit Essigsäure auf Wolle gefärbt direkt walk- und lichtechn. sehr klare Färbungen.

E r i o s o l i d g e l b R, ein neuer einheitlicher Säurefarbstoff, dessen Lichtechnheit als unübertroffen bezeichnet wird.

E r i o c h r o m r o t G ist ebenfalls ein neuer Farbstoff für Wollechtfärberei.

Gesellschaft für Chemische Industrie in Basel.

R o s a n t h r e n l i c h t r o t 7 B L und **R o s a n t h r e n l i c h t b o r d e a u x B L** und **2 B L** sind neue Diazotierungsfarbstoffe von guten Echtheitseigenschaften.

C a r b i d e c h t s c h w a r z R F und **B F** sind Direktfarben zur Nachbehandlung mit Formaldehyd oder Bichromat.

C i b a g e l b 2 R u n d 5 R sind neue Küpenfarbstoffe für Baumwollfärberei und -druck, ebenso für Wollechtfärberei.

K i t o n e c h t o r a n g e G ist ein egalisierender saurer Wollfarbstoff von besonders guter Lichtechnheit.

[A. 38.]

Zur Kontrolle der Kesselspeisewasserreinigung.

Von G. WEISSENBERGER.

Mitteilung aus dem Laboratorium für anorganische Chemie
an der K. K. Technischen Hochschule in Wien.

(Eingeg. 21.1. 1913.)

Die Notwendigkeit einer ständigen Kontrolle der Kesselspeisewasserreinigung ist von vielen Seiten ausführlich begründet worden¹⁾. Die zu verwendende Methode muß verschiedenen Anforderungen entsprechen, denn die Mengen, um deren Erkennung und Bestimmung es sich handelt, sind klein, da das Wasser bereits einen Reinigungsprozeß durchgemacht hat und nur mehr die Reste der Verunreinigungen oder einen geringen Überschuß von den zugesetzten Substanzen, bzw. ihre Umsetzungsprodukte enthalten kann. Es ist demnach bei der Untersuchung des gereinigten Wassers eine erhöhte Genauigkeit erforderlich. Andererseits darf die Analyse keine lange Zeit in Anspruch nehmen, weil der Wasserverbrauch groß ist, und ein Fehler in der Präparation entdeckt werden muß, ehe er sich noch im Kessel störend bemerkbar machen kann. Während man eine Rohwasseranalyse nur von Zeit zu Zeit ausführen läßt, muß die Kontrolle der Wasserreinigung konstant geübt werden. Die Anforderungen, welche erstere an die Kenntnisse des Ausführenden stellt, können also ganz gut höhere sein; das Verfahren aber, mit dem man den Gang der Reinigung verfolgt, muß so einfach als möglich sein. Dabei soll eine umständliche und zeitraubende Berechnung der Präparationsänderung aus den Analysenresultaten tunlichst vermieden werden. Auch muß sie allen Möglichkeiten Rechnung tragen.

Diese Forderungen schließen einen gewissen Widerspruch in sich, denn die weitgehende Erfüllung einer von ihnen geht immer auf Kosten der anderen. Man hat sich vielfach bemüht, ein Verfahren auszuarbeiten, das allen Richtungen möglichst gleich gerecht wird. Besonders Wehrenfennig, Blacher und Ristenpart haben sich in dieser Hinsicht große Verdienste erworben.

Die Tropfenmethode von Blacher²⁾ läßt an Einfachheit und Schnelligkeit nichts zu wünschen übrig, sie ist aber wenig genau. Die Untersuchung wird mit 15 ccm Wasser ausgeführt, eine Menge, die bei der geringen Quantität der

¹⁾ Vgl. dazu: Wehrenfennig, Über die Untersuchung und das Weichmachen des Kesselspeisewassers. 2. Aufl. (1905). — Blacher, Rig. Ind.-Ztg. Nr. 24 u. 25 (1902). — Hundeshagen, Angew. Chem. 13, 878 u. 1262 (1900). — Ristenpart, Angew. Chem. 23, 392 (1910).

²⁾ Blacher, Z. f. Dampfk. Betr. 1910, 301.

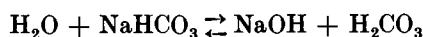
Verunreinigungen etwas karg bemessen ist; daher fällt eine Ungenauigkeit viel mehr ins Gewicht, als bei der Verarbeitung größerer Wassermengen. Dazu kommt noch die relativ hohe Fehlertoleranz bei der Titration. Die Resultate sind im Mittel auf $\pm 0,5$ Tropfen oder $\pm 0,5^\circ$ genau. Auf den Kubikmeter übertragen, macht dieser Fehler beinahe 2 l Reagensflüssigkeit, bzw. die diesen entsprechende Menge an Zusatzmitteln aus. Zur Titration finden geeichte Tropfflaschen Anwendung. Die genaue Eichung ist schwierig, dazu muß der Tropfen stets auf die gleiche Weise entstehen. Man fettet, um die Bildung einer Brücke zu vermeiden, den Rand ein und achtet darauf, daß der Tropfen an den Seitenwänden der Schnauze adhäriert. Da sich das Fett leicht auf die Schnauze überträgt, muß diese immer gut geputzt werden. Durch Nichtbeachtung dieser wichtigen Vorschrift ist die Tropfengröße Veränderungen ausgesetzt, welche die Genauigkeit des Resultates merklich beeinflussen können. Bei der Berechnung der Präparationsänderungen aus den Ergebnissen der Analyse wird die Kenntnis der wichtigsten chemischen Grundlagen des Prozesses und der Anwendung der Verhältniszahlen vorausgesetzt. In den meisten chemischen Betrieben wird man genötigt sein, die Ausführung der Kontrollanalysen einem Personal zu überlassen, das keinerlei chemische Vorbildung genossen hat und auf eine Methode eingetübt werden muß; da ist es von besonderem Vorteil, wenn sie eine ganz mechanische Behandlung gestattet.

Ristenpart³⁾ wendet zur Erzielung genauer Resultate die Titration an und vergrößert die in Untersuchung genommene Wassermenge auf 100 ccm. Dagegen erscheint die Konzentration der Titerflüssigkeiten zu gering gewählt. Der Farbenumschlag von Methylorange ist bei einer so weit gehenden Verdünnung schon auf mehrere Tropfen unsicher⁴⁾.

Bei Verwendung dieses Indicators ist demnach der Vorteil, welcher durch die geringe Konzentration erreicht werden soll, aufgehoben. Da jeder Mehrverbrauch an Reagens die Größe der Gefäße beeinflußt, soll auch aus praktischen Gründen in der Verdünnung nicht unnötig weit gegangen werden.

Die Erdalkalien reagieren in Form ihrer Sulfate besser mit Seifenlösung als die Carbonate und Bicarbonate, noch leichter aber reagieren die stark dissozierten Chloride. Es empfiehlt sich daher, statt Schwefelsäure Salzsäure zur Titration zu verwenden. Die Stellung der Seifenlösung erfolgt dann analog dem von v. C o c h e n h a u s e n angegebenen Verfahren⁵⁾ mit einer Chlortcalciumlösung, die durch Neutralisieren und Verdünnen von Kalkwasser gewonnen worden ist. Zur Verwendung von Salzsäure führt auch der Umstand, daß der Einfluß der Sulfate auf den Endpunkt der Titration mit Methylorange größer ist, als der der Chloride⁶⁾. Bei letzteren wird die Schärfe des Farbenumschlages nicht beeinflußt.

Wenn man Natriumcarbonat mit Säure und Phenolphthalein titriert, braucht man mehr als die theoretische Menge, da das Bicarbonat infolge seiner hydrolytischen Spaltung

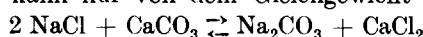


nicht völlig neutral reagiert⁷⁾. Der dadurch entstehende Fehler kann beträchtlich werden und macht jede Berechnung unsicher.

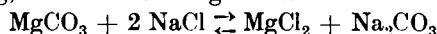
Ristenpart⁸⁾ gibt für die Regulierung des Zulaufes von Soda und Kalk einige zahlenmäßige Grundsätze. Dabei nimmt er an, daß Phenolphthalein auf die Carbonate der Erdalkalien reagiert und das gelöste Calciumcarbonat mit diesem Indicator bis zu Bicarbonat titriert werden kann. Da sich auch bei Blacher diese Ansicht findet⁹⁾,

andere Autoren aber der gegenteiligen Meinung sind¹⁰⁾, wurde die experimentelle Untersuchung dieser Verhältnisse unternommen.

Um eine Auflösung alkalisch reagierender Bestandteile aus der Wand der Glasgefäß zu vermeiden, fanden nur Geräte aus Jenaer Glas Anwendung, die vorher mit Wasser ausgekocht worden waren. Nachdem man sich von der absolut neutralen Reaktion des Wassers überzeugt hatte, wurden die Lösungen bereitet. Das destillierte Wasser, welches dabei angewendet wurde, war durch andauerndes Erhitzen von der gelösten Kohlensäure befreit worden. 5 g reinstes Calciumchlorid¹¹⁾ wurden zu einem Liter gelöst und die neutrale Reaktion der Flüssigkeit festgestellt. Ebenso stellte man eine Lösung von Natriumcarbonat¹²⁾ dar, welche im Liter etwas weniger als die berechnete äquivalente Menge enthielt und bewahrte beide verschlossen auf. 50 ccm von jeder der beiden Lösungen wurden vermischt, erwärmt, nach kurzem Erhitzen abgekühlt und Phenolphthalein hinzugefügt. Es trat eine kaum sichtbare Rotfärbung ein. Würde diese von dem im Wasser gelösten Calciumcarbonat herrühren, so müßte sie bedeutend stärker sein. Sie ist so gering, daß der rosafarbene Schein beim Hineinblasen in das Gefäß durch die Kohlensäure der Atemluft sofort zum Verschwinden gebracht wird. Von einer Titration kann nicht die Rede sein, da bereits ein Tropfen $1_{/20}$ -n. Salzsäure die völlige Entfärbung hervorruft. Diese Alkalinität kann nur von dem Gleichgewicht



herrühren, das in der Lösung stark nach links verschoben ist. Die wenigen Moleküle Natriumcarbonat verursachen die alkalische Reaktion der Flüssigkeiten. Demnach ergibt sich, was bereits Fresenius¹³⁾ beobachtet hat, daß die wässrige Lösung von Calciumcarbonat kaum merklich alkalisch reagiert. Das Gleiche gilt von den Carbonaten des Bariums und des Strontiums. Magnesiumcarbonat verhält sich anders. Fällt man in der oben angegebenen Weise und unter Beobachtung aller Vorsichtsmaßregeln eine neutrale Lösung von reinem Magnesiumchlorid¹⁴⁾ mit Natriumcarbonat, so bleibt ein großer Teil des Magnesiumcarbonates in Lösung, und das Gleichgewicht



ist etwas nach rechts verschoben. Die Flüssigkeit färbt Phenolphthalein stark rot, und man kann das ganze Carbonat mit Salzsäure titrieren, weil sich von der feinen Suspension immer genügend löst, um das gestörte Gleichgewicht wieder herzustellen. Die vom Niederschlag filtrierte Lösung reagiert mit Phenolphthalein bis zur Hälfte der theoretisch erforderlichen Menge von Salzsäure. Sind jedoch Calciumionen im Überschuß vorhanden, tritt diese Reaktion nicht ein.

Mit Berücksichtigung aller besprochenen Verhältnisse wurde versucht, eine Arbeitsweise auszubilden, die zugleich schnell durchführbar, einfach und genau ist. Die Wasserprobe, welche in Untersuchung genommen wird, beträgt 100 ccm. Als Meßgefäße finden Büretten Anwendung; es fällt damit jedes Eichen weg, die Tropfengröße, die unter äußeren Einflüssen leicht schwankt, ist ohne Belang, und die Messung erfolgt nicht durch Zählung ungenau definierter Einheiten, sondern durch direkte, stets gleichartige Ablesung. Die Lösungen sind nach dem Vorgange Wehrenfennigs einander äquivalent, und ihre Konzentration ist

$$\frac{2n}{Ae_{\text{CaO}}}$$

(Ae_{CaO} = Äquivalentgewicht von CaO). 1 ccm entspricht 2 Äquivalentgraden. Die durchschnittlich erreichte Genauigkeit beträgt $\pm 0,5$ Tropfen oder per Kubikmeter etwa 220 ccm Reagensflüssigkeit. Es wird eine Titration

¹⁰⁾ Vgl. Lunge und Lohöfer, Angew. Chem. **14**, 1125 (1901). — Lunge, Angew. Chem. **10**, 41 (1897). — Küster, a. a. O. — Lunge, Ber. **43**, 92 (1910).

¹¹⁾ Von Kahlbau, Zur Analyse.

¹²⁾ Von Kahlbau, Zur Analyse mit Garantieschein.

¹³⁾ Gmelin-Kraut-Friedheim, Handbuch der anorganischen Chemie, 7. Aufl., II₂, 331.

¹⁴⁾ Von Kahlbau.

³⁾ Ristenpart, Monatsschr. f. Text.-Ind. 1909, 6. Heft.
⁴⁾ Vgl. Lunge-Berl, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden **1**, 82 (1910).

⁵⁾ v. C o c h e n h a u s e n , Angew. Chem. **19**, 2023 (1906).

⁶⁾ Thomson, Z. anal. Chem. **24**, 224. — Küster, Z. anorg. Chem. **13**, 138.

⁷⁾ Küster, a. a. O. S. 142.

⁸⁾ Ristenpart, Angew. Chem. **23**, 394 u. f. (1910).

⁹⁾ Blacher, Rig. Ind.-Ztg 1902 Nr. 23 und 24.

mit Phenolphthalein ausgeführt, dann mit Methylorange weiter titriert und endlich in der neutralen Flüssigkeit mit Seifenlösung die Härte bestimmt. Phenolphthalein wird als Lösung von 1 g in 100 ccm 95%igem Alkohol hergestellt, von der man für jede Titration 2 Tropfen nimmt. Es reagiert mit Laugen und Alkalicarbonaten; wenn letztere in der Lösung vorhanden sind und man in der Kälte titriert, gibt die Entfärbung infolge der Bildung von Bicarbonat die Hälfte des Äquivalents für Alkalicarbonat an. Durch die in der Lösung stattfindende Dissoziation wird

jedoch dieser Punkt etwas verschoben. Zur Erzielung genauerer Resultate ist es notwendig, die Ionenspaltung zurückzudrängen. Dies kann durch Konzentration der Lösung, durch Abkühlung oder durch Einbringung gleichartiger Ionen geschehen¹⁵⁾. Da das erstere ohne Zeitverlust nicht zu erreichen ist, bleiben nur die beiden letzten Wege offen. Praktisch läßt sich demnach der Fehler beseitigen, indem man vor jeder Titration etwas Kochsalz zum Wasser hinzunimmt.

¹⁵⁾ Vgl. Lunge und Lohöfer, a. a. O.

Fall-Nr.	Die Titration ergab	Vorhandene Verbindungen	Daraus folgt für die Präparation
1	$p = o \quad m = o \quad h = o$	Neutralsalze der Alkalien	Keine Veränderung.
2	$p = o \quad m = o \quad h > o$	Neutralsalze der Erdalkalien	Vermehrung der Kalk- und Sodazugabe entsprechend dem früher ermittelten Verhältnis von $\text{Ca} : \text{Mg}^2+$.
3	$p = o \quad m > o \quad h = o$	Natriumbicarbonat	Man vermehrt um $\frac{2000}{x} \text{ l } x^\circ$ iges Kalkwasser und vermindert um $\frac{2000}{y} \text{ l } y^\circ$ ige Sodalösung pro m^3 .
4	$p = o \quad m > o \quad h > o$		Wenn $h > 2$ vermehrt man um $\frac{2000}{x} \text{ l } x^\circ$ iges Kalkwasser und vermindert um $\frac{2000(m-h)}{y} \text{ l } y^\circ$ ige Sodalösung pro m^3 . Wenn $h < 2$ vermehrt man um $\frac{2000(m-h)}{x} \text{ l } x^\circ$ iges Kalkwasser und vermindert um $\frac{2000(m-h)}{y} \text{ l } y^\circ$ ige Sodalösung pro m^3 .
	a) $m > h$	Carbonate oder Bicarbonate der Erdalkalien und Natriumbicarbonat	Wenn $h > 2$ vermehrt man um $\frac{2000}{x} \text{ l } x^\circ$ iges Kalkwasser pro m^3 . Wenn $h < 2$ keine Veränderung.
	b) $m = h$	Carbonate oder Bicarbonate der Erdalkalien	Wenn $m > 2$ vermehrt man um $\frac{2000}{x} \text{ l } x^\circ$ iges Kalkwasser pro m^3 und verfährt dann nach Fall 2 ²⁾ . Wenn $m < 2$ verfährt man nach Fall 2.
	c) $m < h$	Carbonate oder Bicarbonate und Neutralsalze der Erdalkalien	
5	$p > o \quad m = o \quad h = o$	Ätznatron	Man vermindert um $\frac{2000}{x} \text{ l } x^\circ$ iges Kalkwasser und $\frac{2000}{y} \text{ l } y^\circ$ ige Sodalösung pro m^3 .
6	$p > o \quad m = o \quad h > o$		Man vermindert um $\frac{2000}{x} \text{ l } x^\circ$ iges Kalkwasser und $\frac{2000(p-h)}{y} \text{ l } y^\circ$ ige Sodalösung pro m^3 .
	a) $p > h$	Ätznatron und Ätzkalk	Man vermindert um $\frac{2000}{x} \text{ l } x^\circ$ iges Kalkwasser pro m^3 .
	b) $p = h$	Ätzkalk	Man vermindert um $\frac{4000}{y} \text{ l } y^\circ$ ige Sodalösung pro m^3 .
	c) $p < h$	Ätzkalk und Neutralsalze der Erdalkalien	Man vermindert um $\frac{2000}{x} \text{ l } x^\circ$ iges Kalkwasser pro m^3 und verfährt dann nach Fall 2 ³⁾ .
7	$p > o \quad m > o \quad h = o$		Man vermindert um $\frac{2000(p-m)}{x} \text{ l } x^\circ$ iges Kalkwasser und $\frac{2000(p+m)}{y} \text{ l } y^\circ$ ige Sodalösung per m^3 .
	a) $p > m$	Ätznatron und Soda	Man vermindert um $\frac{4000}{y} \text{ l } y^\circ$ ige Sodalösung pro m^3 .
	b) $p = m$	Soda	Man vermindert um $\frac{2000(m-p)}{x} \text{ l } x^\circ$ iges Kalkwasser und vermindert um $\frac{2000(m+p)}{y} \text{ l } y^\circ$ ige Sodalösung pro m^3 .
	c) $p < m$	Soda und Natriumbicarbonat	
8	$p > o \quad m > o \quad h > o$	Verschiedene der vorstehenden Verbindungen	Man vernachlässigt den kleinsten der drei Werte und führt so den Fall auf einen der vorstehenden zurück ⁴⁾ .

¹⁾ Die Analyse des Rohwassers habe ergeben: a° Kalk- und b° Magnesiahärte; demnach muß man vermehren um $\frac{2000}{x} \text{ l } x^\circ$ iges Kalkwasser und $\frac{2000(h-b)}{y} \text{ l } y^\circ$ ige Sodalösung pro m^3 .

²⁾ Statt h in Fall 2 ist zu setzen: $(h-m)$.

³⁾ Statt h in Fall 2 ist zu setzen: $(h-p)$.

⁴⁾ Wenn m oder $h < 2$ oder $p < 1$, sind sie gleich Null zu setzen und später nicht mehr zu berücksichtigen.

fügt und bei möglichst niederer Temperatur titriert. Die Menge des Kochsalzes ist so zu halten, daß sie dem Verhältnis von etwa 2 Molen NaCl auf $\frac{1}{2}$ Mol Na₂CO₃ entspricht. Aus Erwägungen verschiedener Art ergibt sich als die günstigste Menge für 100 ccm Wasser beiläufig 0,1 g. Von Methylorange löst man 1 g in 1 l heißem Wasser auf und verwendet für jede Titration 2 Tropfen; es dient zur Bestimmung der Bicarbonate und Carbonate. Die Seifenlösung wird aus Marseiller Seife bereitet und so gestellt, daß 1 ccm für 100 ccm Wasser 2° entspricht.

Die Ausführung wird auf folgende Weise vorgenommen: Man mißt in einem Meßkolben 100 ccm des auf Zimmertemperatur abgekühlten Wassers ab, fügt aus einem Tropf- fläschen 10 Tropfen einer 20%igen Kochsalzlösung hinzu, versetzt mit 2 Tropfen Phenolphthalein und titriert mit Säure bis zur Entfärbung. Die Anzahl der verbrauchten Kubikzentimeter, wobei man auch die $\frac{1}{10}$ ccm abliest, wird notiert (p). Nun gibt man 2 Tropfen Methylorange dazu und läßt so lange Säure einfließen, bis der Farbumschlag von Gelb in Rot eintritt. Die für Methylorange verbrauchte Menge Salzsäure gibt den zweiten Wert (m). Sodann wird die neutrale Flüssigkeit mit Seifenlösung titriert, wozu die Zahl von h ccm notwendig ist. Man sucht nun den betreffenden Fall in der Tabelle auf und ersieht aus der letzten Kolumne die vorzunehmende Änderung in der Präparation¹⁶⁾.

Es braucht nicht betont zu werden, daß eine rationelle Auswertung der Untersuchungsergebnisse die Dosierung der Zusätze und eine richtige Bemessung der zufließenden Wassermenge voraussetzt¹⁷⁾. Da der gebrannte Kalk niemals und die Soda nicht immer 100%ig sind, empfiehlt es sich, diese Fällungsmittel nicht in fester Form zu verwenden, sondern konz. Lösungen zu bereiten, deren Gehalt man mit Hilfe der Salzsäure bestimmen kann (für Kalk $x = 2$ p Grade; für Soda $y = 2(m + p)$ Grade). Auf diese Art läßt sich der Zusatz leicht bemessen. Es sind daher in der Tabelle die Präparationsänderungen in 1 Lösung ausgedrückt. Wird die Berechnung in einer anderen Einheit vorgezogen, so genügt die Hinzufügung eines Faktors. Da die Niederschläge, deren man sich zur Entfernung der Verunreinigungen des Wassers bedient, nicht ganz unlöslich sind, muß ein kleiner Rest toloriert werden. Wenn sich also bei der Untersuchung für m oder h Werte ergeben, die den Betrag von 2 nicht überschreiten, so sind sie zu vernachlässigen und nicht zu korrigieren. In gleicher Weise beläßt man einen geringen Sodaüberschuß, weshalb p gleich Null zu setzen ist, wenn es nicht mehr als 1 beträgt. Bei Beobachtung dieser Regeln wird sich gewöhnlich einer der Fälle 1—7 ergeben; sind jedoch alle drei Werte über den angegebenen Grenzen, so läßt man zunächst den kleinsten unberücksichtigt und korrigiert zunächst die beiden anderen, bis einer von ihnen den Grenzwert erreicht hat; dann wird wie früher vorgegangen.

Die Vorteile dieser modifizierten Methode bestehen in der Schnelligkeit, mit der sie ausführbar ist, in der Einfachheit ihrer Handhabung und vor allem in ihrer Genauigkeit. Die Kleinheit und die geringe Anzahl der notwendigen Gefäße gestatten die Unterbringung in einem kompendiösen Kasten, der bei Reisen bequem mitgeführt werden kann¹⁸⁾.

[A. 249.]

Stickstoffbestimmungsapparat

nach Diplom-Ingenieur F. FRIEDRICHs.

(Eingeg. 23./I. 1913.)

Die volumetrische Stickstoffbestimmung nach D u m a s bei der organischen Elementaranalyse wurde zuerst mit

¹⁶⁾ Die Ausarbeitung der Tabelle ist von Baurat Wehrenfennig angeregt worden.

¹⁷⁾ Vgl. Wehrenfennig, a. a. O.

¹⁸⁾ Die Ausführung der Kästen ist von der Firma W. Rohrbecks Nfg., Wien I., Giselastraße, übernommen worden, von wo sie bezogen werden können.

einem von Schiff konstruierten Apparate¹⁾ ausgeführt. Es ist dies eine mit einem Niveaurohr kommunizierende Gasbürette, welche mit Kalilauge beschickt ist, und in die das Gas behufs Absorption und Messung hineingetrieben wird. Eine ähnliche verbesserte Form gibt Bleier²⁾ im 3. Teile seines trefflichen Werkes über gasometrische Methoden an. Die erste wesentliche Verbesserung des Schiff'schen Apparates gelang Prof. Ferry³⁾ in Nancy, indem er unterhalb der Gasmeßbürette ein die Kohlensäure absorbiendes Gefäß nach dem Prinzip der Schraubenwaschflasche anbrachte. Neuerdings hat nun Friedrichs den Apparat noch weiter vervollkommen und dem Ferry'schen Apparat eine bequemere Form gegeben.

Im Friedrichschen Apparat (s. Figur) gelangt das aus CO₂ + N₂ bestehende Gasgemenge am unteren Ende durch ein seitliches Ansatzrohr in das mit Kalilauge beschickte Absorptionsgefäß A. Nachdem es hier zunächst eine kurze Quecksilberschicht passiert hat, folgt es den Gängen eines Schraubengrohres und sammelt sich schließlich in der oberen kugelförmigen Erweiterung des Absorptionsgefäßes. Nach beendeter Reaktion treibt man durch Öffnen eines Friedrichschen Zweiweghahnes C, welcher das Absorptionsgefäß mit der darüber befindlichen Gasbürette B verbunden, sowie durch Heben der Niveaupflasche den Stickstoff in die mit Wasser gefüllte Bürette, woselbst die Ablesung des durch das Gas verdrängten Wasservolumens sofort vorgenommen werden kann.

Während demnach das Schiff'sche Nitrometer den Nachteil besitzt, daß das Gas direkt über der absorbierenden Flüssigkeit, deren Dampfdruck je nach dem Sättigungsgrade schwankt, gemessen wird, so ist beim Friedrichschen Apparate diese Fehlerquelle ausgeschaltet, indem man das mit Wasserdampf gesättigte Gas über Wasser mißt. Auch ist im letzteren Apparate das Gasmeßrohr von einem Wassermantel umgeben, in welchem ein Thermometer angebracht ist, so daß hierdurch die jeweilige Temperatur des in der Bürette eingeschlossenen Gases richtig bewertet werden kann.

Verfertiger des bei zweckentsprechender Änderung der Absorptions- und Absperrflüssigkeit ohne weiteres auch für andere gasvolumetrische Bestimmungen sinngemäß anwendbaren Apparates ist die Firma Greiner & Friedrichs in Stützerbach in Thüringen. Dr. Roerdanz. [A. 20.]

Über den Nachweis des Arsens mit Bettendorfschem Reagens.

Von L. W. WINKLER, Budapest.

(Eingeg. 20./I. 1913.)

Beim Reagieren mit Bettendorfschem Reagens betonen die Fachwerke zumeist, daß in schwefelsäurehaltiger Lösung die Reaktion nur kalt zur Ausführung gelangen darf, da beim Erwärmen das Stannochlorid auf die Schwefelsäure reduzierend wirkt, wodurch Schwefelwasserstoff bzw. Stannosulfid gebildet werden sollte.

Nach Vf. Versuchen verhält sich die Sache anders: Auch in Gegenwart von Sulfaten kann

¹⁾ Ber. 14, 885 (1881); Z. anal. Chem. 7, 430.

²⁾ Bleier, Gasometr. Methoden S. 284 (1898); Ber. 30, 3124 (1897).

³⁾ Z. anal. Chem. 51, 367 (1912).

