

und angegeben werden, für welche Waren die Eintragung verlängert werden soll.

Die Einführung der Klassengebühr liegt unbedingt im allgemeinen Interesse und wird zur Reinigung der Rolle von nicht rechtsbeständigen Zeichen beitragen.

Wesentlich anders soll sich das Prüfungsverfahren in Zukunft gestalten.

Auch hier wird — ebenso wie beim Patenterteilungsverfahren — der Einzelprüfer an die Stelle der Abteilungen für Warenzeichen treten, während der Beschwerdesenat in der Besetzung mit 3 statt jetzt 5 Mitgliedern entscheiden soll.

Statt der Aufforderung der Inhaber vorberechtigter übereinstimmender, für gleiche oder gleichartige Waren eingetragener Zeichen, gegen die Eintragung des angemeldeten Zeichens Widerspruch zu erheben, soll das Aufgebotsverfahren eingeführt werden.

Nachdem die Eintragungsfähigkeit des angemeldeten Zeichens vom Patentamt festgestellt ist, wird es veröffentlicht, und es kann innerhalb 2 Monaten mit der Begründung Einspruch erhoben werden, daß die Eintragung des Zeichens aus absoluten Gründen ausgeschlossen sei, oder daß es mit einem Zeichen des Einsprechenden übereinstimmt. Der Einspruch soll gebührenpflichtig sein, und zwar ist eine Gebühr von 20 M in Aussicht genommen. Die Einspruchsgebühr kann zurück erstattet und den Beteiligten die Kosten auferlegt werden.

Wenn auch das seitherige Prüfungsverfahren keineswegs vollkommen war, und häufig ältere Zeichen nicht am Widerspruchsverfahren beteiligt wurden, so würde seine vollständige Aufgabe den Zeicheninhabern doch eine außerordentliche und schwierige Arbeit aufbürden, besonders den Betrieben, die zahlreiche Eintragungen besitzen. Die Folge des neuen Systems wäre ferner die, daß die Zahl der Löschungsklagen vor den ordentlichen Gerichten sich außerordentlich vermehren würde. Vor allem erscheint aber die Gebührenpflicht des Einspruchs nicht angebracht und zum mindesten der in dem Entwurf angegebene Betrag von 20 M zu hoch. Sollte es überhaupt bei der Einspruchsgebühr bleiben, so müßte ihre Erstattung nicht dem Patentamt anheim gestellt, sondern dieselbe stets zurückvergütet werden, wenn der Einspruch Erfolg hat.

Die Einführung des gebührenpflichtigen Einspruchs wäre geradezu eine Strafe der Zeicheninhaber, die von ihrem Rechte Gebrauch machen.

Firmen, beispielsweise der Nahrungsmittelindustrie, die viele Zeichen besitzen, müssen jetzt täglich mehrere Widersprüche erheben. Rechnet man für diese täglich nur einen Einspruch nach der Reform, für welchen die Gebühr nicht erstattet wird, so macht dieses bei 20 M 6000 M im Jahre aus — abgesehen von den Kosten, die die Überwachung und die notwendig werdenden Beschwerden verursachen.

So sehr man auch einer Vereinfachung des Verfahrens und Entlastung des Patentamtes das Wort reden mag, die allgemeinen Interessen dürfen dadurch keinesfalls leiden.

Am besten dürfte es sein, es bei dem seitherigen Widerspruchsverfahren zu belassen und hieran das Aufgebotsverfahren anzuschließen, um auch denjenigen, welche glauben, unberechtigtweise nicht benachrichtigt worden zu sein, Gelegenheit zu geben, Stellung zur Eintragung des neuen Zeichens zu nehmen.

Als Fortschritt ist es unbedingt zu bezeichnen, daß die zweijährige Sperrfrist für gelöschte Zeichen fortfallen soll; denn eine praktische Notwendigkeit ist hierfür nicht gegeben, weil der Zeicheninhaber vor der Löschung stets eine Mitteilung des Patentamtes erhält.

Aus dem übrigen Inhalt des Gesetzentwurfes mag noch hervorgehoben werden, daß das patentamtliche Löschungsverfahren ebenfalls gebührenpflichtig werden soll, und zwar ist hierfür der Betrag von 30 M vorgesehen. Über die Löschung von Warenzeichen entscheidet die Abteilung in der Besetzung mit 3, der Beschwerdesenat mit 5 Mitgliedern. Neu und zweckmäßig ist ferner, daß die Beteiligten auch schon von der Anmeldeabteilung bei Löschungsanträgen auf Antrag geladen und gehört werden müssen.

Die Beschwerdegebühr soll auch für Warenzeichen auf 50 M erhöht werden; ebenso wird die Wiedereinsetzung in den vorigen Stand wie im Patentgesetz auch hier Geltung haben. Endlich soll bereits fahrlässige Zeichenverletzung schadensersatzpflichtig machen, und sollen dahingehende Ansprüche in 6 Monaten nach erlangter Kenntnis und ohne Rücksicht auf diese Kenntnis in 3 Jahren verjähren. Neben der öffentlichen Klage wird die Privatklage eingeführt und erstere nur im Falle des öffentlichen Interesses zugelassen. Die an den Verletzten zu erlegenden Buße soll auf den Betrag von 20 000 M erhöht werden.

Wünschenswert wäre, daß bei der Neuordnung dem Patentamt auch die Befugnis eingeräumt würde, solche Freizeichen in der Rolle zu löschen, welche zur Zeit der Anmeldung zwar unterscheidungskräftig waren, diese Eigenschaft aber im Laufe der Zeit eingebüßt haben.

Diese Zeichen werden jetzt immer weiter mitgeschleppt; können sie auch nach der Rechtsprechung keine Rechte mehr äußern, so bilden sie doch leicht eine Belästigung des Verkehrs und würden besser beseitigt.

Auch die Bezeichnung derjenigen Bestandteile zusammengesetzter Zeichen, die keinen Schutz genießen — ähnlich dem englischen „disclaimer“ — wäre sehr zweckmäßig und würde dazu beitragen, daß aus den Zeichen nur solche Rechte geltend gemacht werden, die den eingetragenen Zeicheninhabern zustehen.

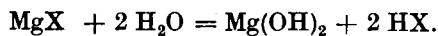
Der Entwurf bedarf noch sonst in mancherlei Hinsicht der Verbesserung, insbesondere, wie auch von Karsten hervorgehoben, bezüglich der Bestimmungen über die vom Schutze ausgeschlossenen Beschaffenheitsangaben u. dgl.; es würde aber zu weit führen, hier auf alle Einzelheiten einzugehen. [A. 168.]

## Die hydrolytischen Prozesse als Ursache der Fehler bei der Bestimmung von Jod und Brom in Mineralschlamm und in Mineralwassern.

VON PAUL KASCHINSKY.

(Eingeg. 28./6. 1913.)

In dieser Z. (Angew. Chem. 25, 1991 [1912]) erschien ein Referat des Vortrags von H. Fresenius (84. Versammlung Deutscher Naturforscher und Ärzte): „Über die Auffindung des Jods im Wasser des Toten Meeres und über den Nachweis des Jods in konz. magnesiumreichen Salzlösungen“. H. Fresenius weist darauf hin, daß von allen, die früher dieses Wasser analysiert haben, kein Jod nachgewiesen wurde, und zwar deshalb, weil bei ihren Arbeitsbedingungen sowohl  $MgJ_2$  wie auch  $MgBr_2$  durch Wasser zersetzt wurden, unter Ausscheidung der Halogenwasserstoffe nach der Gleichung:



Jetzt konnte Fresenius nicht nur die Anwesenheit des Jods im Wasser des Toten Meeres nachweisen, sondern führte auch seine quantitative Bestimmung aus, indem er vor dem Eindampfen des Wassers das Magnesium durch Kalk ausfällte.

Wie wichtig und notwendig eine solche Vorbehandlung des Wassers zur Bestimmung von Jod, wie auch zur Bestimmung von Brom ist, das zeigen die im folgenden mitgeteilten Resultate unserer Versuche zur Bestimmung von Jod und Brom im Mineralschlamm und Mineralwasser der Sadkowskaja Balka, ebenso auch in dem Wasser der salzigen Seen (sog. „Rapa“) und im Schlamm (dieser wird für Heilzwecke verwendet) der Manytsch-Grusschen Sanitärstation im Dongebiet. Wir führen die Resultate der Analyse von Mineralsubstanzen, die in diesen Wassern und auch in den wässrigen Extrakten des Schlammes aufgelöst sind, an. (Es wurde dabei Wasser nach der Berechnung 5000 ccm, wobei auch das Wasser, welches sich in feuchtem Schlamm befand, mitgerechnet wurde, pro 1000 g trockenen Schlammes verwendet.) Es ergaben sich in Gramm bezogen auf 1000 ccm Flüssigkeit folgende Zahlen:

Die analysierten Substanzen	(gebunden- CO <sub>2</sub> )	J	Br	Cl	H <sub>2</sub> S	SO <sub>2</sub>	SiO <sub>2</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O
Sadkowsches Wasser. .	0,1983	0,0006	0,0018	2,2524	0,0116	0,8999	0,0176	0,0013	0,0003	0,0006	0,228	0,1833	2,3802	0,0360
Wässeriger Extrakt Sad- kowschen Schlammes <sup>1)</sup>	0,1636	0,00053	0,00088	0,5485	—	0,0587	0,0210	0,0026	0,0008	0,0004	0,0247	0,0144	0,6613	0,0169
„Rapa“ aus dem Manytsch-See . . .	0,3718	0,00027	0,1928	188,30	0,0074	41,791	0,0017	0,0055	Spuren			68,867	89,959	1,322
Wässeriger Extrakt des Manytschen Schlammes <sup>2)</sup> . . . .	0,0924	0,00005	0,0469	20,131	—	3,2051	0,0045	0,0020	0,0008			0,7865	3,9676	13,2346

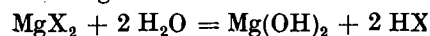
Die Bestimmung von Jod und Brom wurde erst in dem Wasser vorgenommen, wobei im allgemeinen die Angaben, die sich in den Anleitungen von T i e m a n n - G ä r t n e r<sup>3)</sup> Fresenius<sup>4)</sup> und Treadwell<sup>5)</sup> befinden, befolgt wurden. Es wurde nämlich folgendermaßen vorgegangen:

Für die Bestimmungen wurden gleichzeitig in drei Porzellanschalen drei Portionen des Sadkowschen Wassers zu je 20 l, 15 l und 12 l eingedampft. Die bis auf 100—200 ccm konzentrierte alkalische Flüssigkeit wurde filtriert, der Rückstand wurde gewaschen, dann wurde das Filtrat samt dem Waschwasser bis zum Beginn der Ausscheidung eines Satzes eingedampft, und schließlich wurde das doppelte bis dreifache Volumen von 95grad. Spiritus hinzugefügt, worauf das Ganze 10—12 Stunden lang stehen gelassen wurde. Die so erhaltene Ausscheidung wurde filtriert und fünf- bis sechsmal mit 95grad. Spiritus gewaschen. Nach Hinzufügung von 5—10 Tropfen 20%igem Ätzkali zu dem Filtrat, vereinigt mit den Waschwässern (die Flüssigkeit färbte Lackmuspapier schon vor Hinzufügung von KOH blau), wurde aus demselben die Flüssigkeit bis zum Beginn der Bildung eines Satzes eingedampft. Wiederholt wurde ein zwei- bis dreifaches Volumen Spiritus hinzugefügt usw., wie früher. Das Fällen mit Spiritus wurde fünf- bis sechsmal wiederholt, wobei jedesmal dem Filtrat (welches Lackmuspapier blau färbte) vor dem Eindampfen des Spiritus 5—10 Tropfen 20%iges Ätzkali hinzugefügt wurden. Die so erhaltenen stark alkalischen Lösungen wurden in Platinschalen bis zur Trockne eingedampft und dann über einem solchen Kranzbrenner derart erhitzt, daß nicht einmal der Boden der Schale in Rotglut geriet. Bald nach Beginn des Erhitzens entwickelte sich ein ätzendes Gas. Das Erwärmen wurde sofort eingestellt, der Inhalt der Schalen wurde mit Wasser befeuchtet und mit Lackmuspapier untersucht. Die Reaktion erwies sich als stark alkalisch. Als dann wurde der Inhalt einer der Schalen (der Rest von 20 l Wasser) von neuem erhitzt, und zwar so lange, bis die Gasentwicklung aufhörte; der Inhalt der zweiten Schale (der Rest von 15 l Wasser) wurde auch erneut durchglüht, aber bloß sehr kurze Zeit; die dritte Schale endlich wurde einstweilen nicht angerührt. Das beim Erhitzen entwickelte Gas färbte blaues Lackmuspapier rot. Darauf wurde der Inhalt jeder der drei Schalen unter Erwärmen mit Wasser behandelt, der ungelöst bleibende Teil wurde abfiltriert und gewaschen. (Der gewaschene Rückstand löste sich leicht in Salzsäure auf und stellte augenscheinlich Magnesiumoxyd oder basisches Magnesiumsalz dar.) Das Filtrat wurde mit dem Waschwasser vermengt, dann wurde Kalilauge hinzugefügt, wobei sich ein weißer,

amorpher Niederschlag ausschied. 20%ige Kalilauge wurde bis zur völligen Ausscheidung des Salzes und überdies noch annähernd 2 ccm im Überschuß hinzugefügt. Die bei dem Filtrieren und Auswaschen des Niederschlages aufgesammelte Flüssigkeit<sup>6)</sup> wurde in Platinschalen bis zur Trockne eingedampft; der trockene Rückstand wurde, ohne daß der Boden der Schale in Rotglut geriet, erhitzt, dann wurde der Rückstand mit Wasser behandelt, das Unlösliche wurde abfiltriert, gewaschen, und wenn die Flüssigkeit farblos war, wurde in derselben nach Verdünnung mit Wasser bis zu einem bestimmten Volumen Jod und Brom bestimmt. Wenn aber eine gelblich gefärbte Flüssigkeit erhalten wurde, so wurde dieselbe von neuem in einer Platinschale eingedampft, der Rückstand wurde durchglüht, mit Wasser bearbeitet usw., wie früher. (Eine Erhitzung, wie sie hier erfolgt, ist zur völligen Verbrennung der organischen Stoffe vollständig genügend.) Jod wurde in der derartig konz. Flüssigkeit colorimetrisch nach der Färbung einer Jodstärkelösung von bekanntem Gehalt bestimmt. In der anderen Portion der konz. Flüssigkeit wurde der gesamte Gehalt an Jod und Brom titrimetrisch mittels Chlorwasser nach Bunsen<sup>7)</sup> bestimmt. Es wurden folgende Zahlen für Jod und Brom, in Gramm auf ein Liter analysierten Wassers berechnet, gefunden:

In derjenigen Probe des Wassers, deren trockener Rückstand (von 20 l analysiertem Wasser) durchglüht wurde, wie oben angegeben, bis zur vollständigen Ausscheidung des ätzenden Gases, wurde Jod überhaupt nicht wahrgenommen; Brom wurde zwar gefunden, doch in solch unbedeutender Menge, daß seine quantitative Bestimmung unmöglich war. In jener Probe des Wassers, deren trockener Rückstand (von 15 l des analysierten Wassers) wohl auch, nachdem die Ausscheidung des ätzenden Gases bemerkt wurde, durchglüht wurde, aber sehr kurze Zeit, wurde 0,0001 Gramm Jod und 0,00128 g Brom auf ein Liter der analysierten Flüssigkeit gefunden. Endlich in jener Probe des Wassers, bei welcher das Durchglühen des eingedampften Salzes (von 12 l des analysierten Wassers) sogleich nach dem Auftreten des ätzenden Gases eingestellt wurde, sind 0,00045 g Jod und 0,00177 g Brom auf 1000 ccm analysierter Flüssigkeit aufgefunden worden.

Es ist klar, daß sich Jod und Brom beim Durchglühen der eingedampften Rückstände des Wassers, infolge der Hydrolyse von Magnesiumsalzen nach der Gleichung:



freigemacht hatten. Und zwar verflüchtigte sich das ganze Quantum Jod und fast der ganze Gehalt an Brom in dem Falle, wo der eingedampfte Rückstand des Wassers vor Fällung der Magnesiumsalze lange genug erhitzt wurde. Ebenso verflüchtigten sich die ganze Menge Jod und fast alles Brom in jenem Falle, als der Verdampfungsrückstand vor der Fällung von Magnesiumsalzen einige Zeit lang unter der Entwicklung von Säuredämpfen erhitzt wurde.

<sup>6)</sup> Augenscheinlich stellte der Niederschlag Magnesia vor; er löste sich gut in Salzsäure auf, und die so erhaltene Lösung gab mit Natriumphosphat in Gegenwart von Ammoniak und Salmiak einen reichlichen charakteristischen Niederschlag.

<sup>7)</sup> Treadwell. Kurzes Jahrbuch der analytischen Chemie. II. 506.

<sup>1)</sup> Die Zahlenresultate dieser unserer Analysen des Sadkowschen Schlammes und Wassers wurden im Jahre 1911 in Nr. 112 der „Donskaja Oblastnyja Wedemosty“ (russisch) durch Dr. T a t a r k i n, in dessen Auftrag auch die Analysen ausgeführt wurden, veröffentlicht.

<sup>2)</sup> Die Zahlenresultate dieser unserer Analyse wurden im Jahre 1912 in der Einzelschrift: „Die Wagnersche Manytsch-Grussche Sanitärstation“ (russisch), herausgegeben von der Medizinalbehörde der Gebietsverwaltung des Dongebiets, veröffentlicht, in deren Auftrag die Analyse ausgeführt wurde.

<sup>3)</sup> Handbuch der Untersuchung und Beurteilung der Wässer. 345 —.

<sup>4)</sup> Anleitung zur quantitativen chemischen Analyse II. — 213 —.

<sup>5)</sup> Kurzes Lehrbuch der analytischen Chemie II. — 507 —.

Aus diesen Ausführungen geht hervor, daß die ausgeführten Bestimmungen von Jod und Brom unzuverlässig sind. Aus diesem Grunde wurden noch 2 l Wasser zur Bestimmung dieser Substanzen genommen; vor dem Eindampfen wurde zu diesem Volumen des Wassers ein größeres Quantum 20%igen Ätzkalis, als zur vollständigen Fällung der Magnesiumsalze nötig war, hinzugefügt. Die bis auf 50 bis 100 cm konz. Flüssigkeit wurde filtriert, der Niederschlag wurde gewaschen, das Filtrat samt dem Waschwasser wurde bis zur Bildung einer Abscheidung eingedampft, mit doppeltem bis dreifachem Volumen 95grad. Spiritus behandelt usw., wie früher. Jedesmal wurden vor dem Abdestillieren des Spiritus zu der Flüssigkeit je 5 Tropfen 20%iger Lösung Ätzkali hinzugefügt. Beim Durchglühen wurde in diesem Falle schon keine Ausscheidung des ätzenden Gases beobachtet, und im Resultat wurden 0,0006 g Jod und 0,0018 g Brom, berechnet auf ein Liter der analysierten Flüssigkeit, gefunden. Somit wurde von uns, bei der Analyse des Sadkowschen Wassers, im Grunde genommen, dieselbe Methode der Vorbereitung des Wassers zur Bestimmung von Jod und Brom verwendet, welche in dem obengenannten Bericht von H. Fresenius beschrieben wurde. Der Unterschied bestand bloß darin, daß dieser zur Fällung von Magnesia Kalk verwendete, wir aber Ätzkali gebrauchten. Letzteres verdient, unseres Erachtens, den Vorzug, und zwar wegen der größeren Beständigkeit von KCl gegenüber der hydrolytischen Wirkung des Wassers<sup>8)</sup>, sowie auch wegen der geringeren Löslichkeit des KCl in Alkohol im Vergleich zu  $\text{CaCl}_2$ .

Dieselbe Methode haben wir auch bei der Bestimmung von Jod und Brom in dem Sadkowschen Mineralschlamm und ein wenig später bei der Analyse der „Rapa“ und des Mineralschlammes der Manytsch-Gruskaja Sanitärstation im Dongebiet verwendet.

Eine frühere Analyse der „Rapa“ stammt von Prof. Lordeenko von der Universität zu Charkoff aus dem Jahre 1851, welcher Jod in demselben anscheinend nicht vorgefunden hat<sup>9)</sup>. (In den Resultaten der Analyse ist bloß ein Gehalt an Brom im Betrage von 0,3155 g auf 1 kg „Rapa“ angegeben.) Analysen von Manytschem Schlamm wurden im Jahre 1851 von Prof. Lordeenko und 1886 von A Wiloff gemacht. In den Resultaten der Analysen beider fehlen Angaben sowohl über den Gehalt an Jod wie auch an Brom<sup>10)</sup>. Es ist möglich, daß diese Analytiker nicht mit den hydrolytischen Prozessen gerechnet haben, durch die Jod und Brom verloren gehen.

Man kann mit genügender Sicherheit vermuten, daß auch in vielen anderen analysierten Mineralwassern und Mineralschlamm Jod und auch Brom entweder gar nicht, oder in geringerem Quantum, als der wirkliche Inhalt, vorgefunden wurden, und zwar deshalb, weil die Magnesiumsalze nicht vor der Bestimmung von Jod und Brom entfernt wurden. [A. 135.]

## Eine quantitative Bestimmung des Schwefels im Kautschuk.

VON ERNST DEUSSEN.

Mitteilung aus dem Laboratorium für angewandte Chemie der Universität Leipzig.

(Eingeg. 14./8. 1913.)

Vor einigen Jahren<sup>1)</sup> gab ich eine Methode an zum Nachweis geringer Mengen Schwefel in anorganischen und organischen Verbindungen. Diese Methode beruht darauf, daß Schwefelverbindungen (Sulfate usw.) bei Gegenwart von Soda und Filtrierpapier durch die Flammengase einer mit reinem Benzol gespeisten Lötlampe in Sulfid übergeführt

<sup>8)</sup> Vgl. E. Boßhard u. W. Burawzow, Angew. Chem. **26**, I, 70–72 (1913), und auch R. Fresenius, Z. anal. Chem. **5**, 318 bis 320.

<sup>9)</sup> Siehe L. Bertenson, Die Heilwasser, Heilschlamm und Heilbäder (russisch). S. 114.

<sup>10)</sup> Ibid. S. 294 und auch die obengenannte Einzelschrift: „Die Wagnersche Manytsch-Grussche Sanitärstation“ (russisch).

<sup>1)</sup> Angew. Chem. **23**, 1258 (1910).

werden, und dieses durch eine alkalische Bleiacetatlösung nachgewiesen wird. Die Empfindlichkeitsgrenze der Bestimmung lag bei einem Schwefelgehalte von  $\frac{3}{1000}$  mg. Die Empfindlichkeit und auch die Sicherheit des Nachweises werden von keiner anderen Reaktion übertroffen, ein Umstand, welcher M. Gorski in seiner Dissertation: „Studien über die Empfindlichkeit einiger chemischer Reaktionen“<sup>2)</sup>, wohl entgangen ist.

Die von mir veröffentlichte Methode eignete sich recht gut zur qualitativen und schnellen orientierenden quantitativen Bestimmung von Schwefel (u. a. auch von Sulfat neben Fluorverbindungen). Dieselbe wurde zu einer genauen quantitativen Schwefelbestimmung in Kautschukmustern ausgearbeitet. Der einzige Weg, der hierbei zum Ziele führte, war der, den Kautschuk durch Erwärmen mit konz. Salpetersäure in das sog. Kautschuknitrosit überzuführen und dann erst den daraus gelösten Schwefel zu Natriumsulfid zu reduzieren.

### Prinzip der quantitativen Schwefelbestimmung

Durch die Behandlung eines Kautschukmusters mit Salpetersäure wird die Kautschuksubstanz in das gelbe „Kautschuknitrosit“ übergeführt, welches in wässriger Sodalösung mit rotbrauner Farbe löslich ist; der Schwefel wird in der Hauptsache zu Schwefelsäure oxydiert, während die im Kautschukmuster etwa enthaltenen Metalle zum größten Teil in Nitrate, Sulfate übergehen, zum kleineren Teile unverändert bleiben (wie  $\text{BaSO}_4$ ). Der Zusatz von Soda zu dem von überschüssiger Salpetersäure befreiten Reaktionsgemisch hat vor allem den Zweck, den oxydierten Schwefel bei dem nachfolgenden Reduktionsprozesse an das Natrium in Form von  $\text{Na}_2\text{S}$  zu binden. Daß bei diesem Prozesse nebenher in geringen Mengen Thiosulfat, Sulfid entstehen, ist für die quantitative Bestimmung deshalb ohne Einfluß, weil ein Soda-Natriumsulfatgemisch von bestimmtem Schwefelgehalt der Reduktion unter den gleichen Bedingungen unterworfen wird. Die bei dem Reduktionsprozesse benutzte Stichflamme der Lötlampe dient in der Hauptsache dazu, die notwendige hohe Temperatur zu erzeugen und dann auch eine zu schnelle Oxydation des aus der Papiermasse stammenden Kohlenstoffes zu verhüten. Beim Lösen der Schmelze in Wasser und Filtrieren der Lösung bleiben die etwa vorhandenen Metalle als Carbonate oder Oxyde auf dem Filter zurück, das Filtrat enthält die Schwefelnatriumlösung, deren Schwefelgehalt nach entsprechender Verdünnung colorimetrisch mit einer aus Natriumsulfat gewonnenen von bekanntem Gehalte verglichen wird.

### Darstellung von reiner, sulfatfreier Salpetersäure (D = 1,4).

Die Prüfung der von mir benutzten reinen Salpetersäure (eines Handelspräparates) von D = 1,4 ergab einen Gehalt an Schwefelsäure von annähernd 0,2%<sup>3)</sup>. Der Gehalt wurde in der Weise bestimmt, daß 5–10 cm der Säure in einem Porzellantiegel (oder Platintiegel) bei etwa 50° unter Benutzung eines Spiritusbrenners verdampft wurde; durch Zusatz von 0,3 g wasserfreier Soda und Filtrierpapier zu dem Abdampfungsrückstände wurde das Gemisch in der mit reinem Benzol beschickten Lötlampe, wie unten näher angegeben, gegläht und der in Wasser gelöste Glührückstand mit alkalischer Bleilösung geprüft.

Um zu einer möglichst sulfatfreien Salpetersäure zu gelangen, wurde obige Säure nach Zusatz von etwas gepulvertem Bariumhydroxyd zweimal der fraktionierten Destillation aus einem Jenenser Fraktionierkolben unterworfen. Der Gehalt der mittleren Fraktionen (D = 1,4) an Schwefelsäure liegt unterhalb der Grenze von 0,0005%.

### Ausführung der quantitativen Schwefelbestimmung auf colorimetrischem Wege.

Von der klein zerschnittenen Kautschukprobe werden

<sup>2)</sup> Leipzig 1912, S. 34.

<sup>3)</sup> Eine mit Wasser verd. Probe dieser Salpetersäure zeigte nach dem Zusatze von Bariumchlorid keine Trübung, auch nicht nach längerem Stehen der Lösung.