

Bestimmung des spezifischen Gewichtes des Kautschuks. Howle³⁸¹⁾ hat sich mit der Bestimmung des Stickstoffs im Kautschuk beschäftigt. Eine Schnellbestimmung von Goldschwefel in Kautschukmischungen gibt Schmitz³⁸²⁾ an. Zur Bestimmung der Cellulose im Kautschuk behandelt G. H. Hillen³⁸³⁾ den fein gespalteten Kautschuk mit Schweizer Reagens und fällt die Cellulose aus der ammoniakalischen Lösung mit Säure aus. Über einige Besonderheiten bei der Acetonextraktion von Kautschuk und die Bestimmung von Kolophonium in Mischung mit Kautschukharzen hat Hutin³⁸⁴⁾ Mitteilungen gemacht. Derselbe Forscher³⁸⁵⁾ hat die Analyse des Kautschuks auch noch um eine Schwefelbestimmung bereichert, er bestimmt den Gesamtschwefel durch Oxydation der organischen Substanz mit Salpetersäure, dampft zur Sirupdicke ein, macht mit Alkalilösung alkalisch, setzt Magnesia zu, trocknet das Gemenge und versacht. Der Rückstand wird in Salzsäure gelöst, und der Schwefel durch Ausfällen mit Bariumchlorid als Sulfat bestimmt. Bernstein³⁸⁶⁾ behandelt die feingepulverte Kautschuksubstanzen mit gesättigtem Bromwasser. Nach erfolgter Oxydation wird der Schwefel in bekannter Weise bestimmt. Hinrichsen³⁸⁷⁾ hat eine elektrolytische Schwefelbestimmung ausgearbeitet. Von der American Soc. for Testing Materials³⁸⁸⁾ werden einige Vorschriften zur Prüfung des in der Gummiindustrie viel gebrauchten Lithopone angegeben. Gardener³⁸⁹⁾ macht Mitteilungen über die physikalische Prüfung von Lithoponen. Die Bestimmung von Bariumcarbonat und Bariumsulfat in vulkanisiertem Kautschuk wird von Tuttle im Journal Franklin Inst.³⁹⁰⁾ beschrieben. J. B. Peregrin³⁹¹⁾ bestimmt die Beschwerungsmittel in Kautschukprodukten durch Lösen der Kautschuksubstanzen in Anisol, Verdünnen der erhaltenen Kautschuklösung mit Benzol und Ausschleudern der ungelösten Füllstoffe. Frank und Markwald³⁹²⁾ empfehlen für die zum Lösen von Kautschuk benutzten Mittel, die von K. Dietrich angegebene Dracorubinprobe für Motorbetriebsstoffe. Bouchet³⁹³⁾ hat beobachtet, daß vulkanisierter Kautschuk unter dem Einfluß eines elektrostatischen Feldes eine Kontraktion erfährt in der Richtung der Kraftlinien. Mit der Bestimmung der Dielektrizitätskonstante des Kautschuks haben sich Rubens und Jaeger³⁹⁴⁾ beschäftigt. Über einen Apparat zur Messung der Plastizität von Kautschuk und Kautschukmischungen berichten Grundy und Schidrowitz³⁹⁵⁾. Lewis und Hoyer³⁹⁶⁾ haben auf der Frühjahrsversammlung der „American Society of Mechanical Engineers“ in New Orleans ein neues Viscosimeter vorgeführt. Ferner ist noch ein Apparat³⁹⁷⁾ zur Bestimmung des Schmelzpunktes des in der Kautschukindustrie verwendeten Paraffinwachses konstruiert worden. Weiter bleiben noch Untersuchungen zu erwähnen über den Feuchtigkeitsgehalt von Geweben für die Autoreifenfabrikation³⁹⁸⁾, über die Bestimmung der Gas-

durchlässigkeit³⁹⁹⁾ von Ballonstoffen, über die Prüfung von Gummischläuchen für Aeroplane⁴⁰⁰⁾, über die Elastizität⁴⁰¹⁾ der hierzu verwendeten Gewebe, über die Brauchbarkeit⁴⁰²⁾ von parallel und diagonal dublierten Ballonstoffen, über wasserdichte Verbandstoffe und über die Prüfung wasserundurchlässiger Gewebe⁴⁰³⁾. [A. 122.]

Analyse des Kieselfluornatriums.

Von Dr. PAUL DRAWE, Görlitz.

(Eingeg. 30./7. 1919.)

Die bisher gebräuchlichen Methoden zur Bestimmung von Kieselfluornatrium in Handelsprodukten, von denen wohl die von mir herrührende Arbeitsweise¹⁾ am meisten angewendet wird, geben nur dann zutreffende Resultate, wenn es sich um hochprozentige Ware handelt, oder wenn die Beimengungen und Verunreinigungen neutral reagieren, beispielsweise aus Kochsalz, Fluornatrium, Kieselsäure bestehen. Enthält dagegen die Ware alkalisch reagierende Stoffe, so zersetzen diese beim Auflösen in heißem Wasser einen Teil des Na_2SiF_6 in Fluornatrium und Kieselsäurehydrat, letzteres scheidet sich unlöslich ab und gibt der Lösung ein milchiges Aussehen. Filtriert man nun diese Lösung und titriert das Filtrat nach der früheren Vorschrift mit $\frac{1}{4}$ -n. Lauge und Phenolphthalein, so findet man so viel weniger Na_2SiF_6 , als durch den alkalisch wirkenden Stoff zersetzt wurde.

Gegenwärtig kommen Produkte im Handel vor, die aus Gemischen von Kieselfluornatrium, Fluornatrium, Natriumsilicat und Kieselsäurehydrat bestehen. Bekanntlich wird das kieselsaure Natrium beim Auflösen in Wasser hydrolysiert; in der Lösung befindet sich Ätznatron, das in der eben beschriebenen Weise auf Kieselfluornatrium zersetzend einwirkt. Die nach der bisherigen Vorschrift ausgeführte Analyse ergibt demnach einen geringeren Gehalt an Na_2SiF_6 , als in der Ware tatsächlich vorhanden ist.

Um den wirklichen Gehalt zu ermitteln, ist eine Umänderung der analytischen Bestimmung des Kieselfluornatriums erforderlich. Es muß die Wirkung des Alkalis auf das Na_2SiF_6 beim Auflösen verhindert werden.

Durch besondere Versuche stellte ich fest, daß kalte verdünnte Salzsäure ohne Einfluß auf Na_2SiF_6 ist, und ferner daß dieses Salz den Indicator Dimethylaminoazobenzol (oder Methylorange) nicht beeinflusst.

Diese Beobachtungen benutzte ich folgendermaßen, um das vorhin angedeutete Ziel zu erreichen.

Es wurden 0,6–1,0 g der feinpulverigen Handelsware abgewogen und in einer Porzellanschale mit einem Überschuß von $\frac{1}{4}$ -n. Salzsäure vermischt. Der Überschuß wurde durch die Rotfärbung von Methylorange angezeigt. Darauf wurde der Schaleninhalt mit Wasser verdünnt und mit $\frac{1}{4}$ -n. Lauge versetzt, bis die goldgelbe Färbung eintrat, die der Farbstoff mit destilliertem Wasser gibt.

Diese neutralisierte Lösung wurde mit Phenolphthalein versetzt, erhitzt und wie bei der früheren Analysenmethode mit $\frac{1}{4}$ -n. Lauge titriert, bis Rotfärbung eintrat.

Für die Berechnung diente die Umrechnungsgleichung

$\text{Na}_2\text{SiF}_6 + 4 \text{ KOH} = 2 \text{ NaF} + 4 \text{ KF} + \text{Si(OH)}_4$, nach der 4000 cem Normallauge 188,3 g Na_2SiF_6 anzeigen.

Als Beispiel führe ich folgende Bestimmung an. Abgewogen wurden 0,9657 g Substanz, diese wurde mit 10,0 cem $\frac{1}{4}$ -n. Salzsäure verrührt, es wurden 7,0 cem der Säure mit $\frac{1}{4}$ -n. Lauge zurücktitriert, mithin hatte die Substanz zur Neutralisation 3,0 cem $\frac{1}{4}$ -n. Salzsäure verbraucht. Das in der Substanz enthaltene Na_2SiF_6 brauchte zur Titration 67,3 cem $\frac{1}{4}$ -n. Lauge; sie enthielt demnach 81,2% Na_2SiF_6 . [Art. 124.]

³⁹⁹⁾ Gummi-Ztg. 30, 708–709, 728–731 [1916]; Angew. Chem. 29, II, 445 [1916].

⁴⁰⁰⁾ J. of Ind. and Eng. Chem. 9, 356–358 [1917].

⁴⁰¹⁾ Gummi-Ztg. 30, 800 [1916]; Angew. Chem. 29, II, 396 [1916].

⁴⁰²⁾ Gummi-Ztg. 30, 1013 [1916]; Angew. Chem. 30, II, 48 [1917].

⁴⁰³⁾ Kunststoffe 8, 38 [1918].

¹⁾ Chemikerzeitung 1909, 616.

³⁸¹⁾ J. Soc. Chem. Ind. 37, 85 [1918]; Angew. Chem. 31, II, 446 [1918].

³⁸²⁾ Gummi-Ztg. 32, 3 [1918].

³⁸³⁾ Gummi-Ztg. 30, 670–671 [1916].

³⁸⁴⁾ Ann. Chim. anal. appl. 20, 214–216 [1916]; Angew. Chem. 29, II, 396 [1916]. 30, II 222, [1917].

³⁸⁵⁾ Ann. Chim. anal. appl. 20, 214–216 [1916]; Angew. Chem. 29, II, 396 [1916].

³⁸⁶⁾ Gummi-Ztg. 30, 584 [1916].

³⁸⁷⁾ Mitteilg. v. Materialprüfungsamt 1916, 283–286; Gummi-Ztg. 31, 791 [1917].

³⁸⁸⁾ India Rubber World 1/7 [1916]; Gummi-Ztg. 30, 1102 [1916].

³⁸⁹⁾ Gummi-Ztg. 30, 1102 [1916].

³⁹⁰⁾ J. Franklin Inst. 181, 265 [1916].

³⁹¹⁾ Ann. Chim. anal. appl. 22, 27–29 [1916]; Angew. Chem. 30, II, 273 [1917].

³⁹²⁾ Gummi-Ztg. 30, 524–525 [1916].

³⁹³⁾ Compt. rend. 163, 479–481 [1916]; Angew. Chem. 30, II, 170 [1917].

³⁹⁴⁾ Ann. d. Physik 53, 409–460 [1917]; Sitzungsber. Kgl. Pr. Akad. d. Wissensch. Berlin 1916, 1286–1293.

³⁹⁵⁾ J. Soc. Chem. Ind. 35, 1027 [1916]; Angew. Chem. 30, II, 170 [1917].

³⁹⁶⁾ India Rubber World 1/4 [1916]; Gummi-Ztg. 30, 1055 [1916].

³⁹⁷⁾ Gummi-Ztg. 30, 792 [1916].

³⁹⁸⁾ Gummi-Ztg. 30, 708 [1916]; Angew. Chem. 29, II, 445 [1916].