

Gehalt von kohlensaurem und schwefelsaurem Natron den Fabrikaten nicht schadet.

Wie wir nun aber bei den vorausgehenden Betrachtungen schon gesehen haben, werden bei der Reinigung von Kesselspeisewasser nicht nur Anforderungen an Enthärtung, sondern auch an die Entfernung von Luft und Kohlensäure aus dem Wasser und auf die möglichste Feinheit des Filtrates von Salzen gestellt. Bei der Art der Permutitreinigung kann natürlich von der Austreibung von freier Kohlensäure keine Rede sein. Im Gegenteil bei der im Kessel herrschenden hohen Temperatur zerlegt sich auch das doppelkohlensaure Natron, das mit Glaubersalz in den Kessel gelangt, in Kohlensäure und einfache kohlensaures Natron, so daß sich der Gehalt an freier Kohlensäure noch vermehrt. Und daß noch reichlichere Mengen von gelösten Salzen im Filtrat in den Kessel eingeführt werden, als bei dem Kalksodaverfahren, zeigt der bloße Blick auf die Barthsche Tabelle.

Aber auch die vollständige Enthärtung wird sich beim Betrieb wohl kaum durchführen lassen, da sich die Wirkung des Natriumpermutits infolge der Umsetzungen stark abschwächt, und selbstverständlich die Regenerierung mit Kochsalz nicht fortlaufend, sondern nur von Zeit zu Zeit stattfinden kann. Es werden also auch bei tadellosester Aufsicht wie beim Kalk-Sodaverfahren Schlammablagerungen stattfinden, die mit den angereicherten Sodasalzen häufig abgeblasen werden müssen. Die dabei entstehenden Wärmeverluste, die noch stärker ausfallen müssen als beim Kalk-Sodaverfahren, weil eben häufiger abgeblasen werden muß, haben wir schon an früherer Stelle berücksichtigt.

Dem Verfahren werden nun aber auch andere Schattenseiten nachgewiesen, die wir mit den schon genannten im folgenden kurz zusammenfassen.

Nach den Vorschriften der Permutit-Gesellschaft selbst darf

1. die Filtrationsgeschwindigkeit nicht mehr als 3–4 m in der Stunde betragen. Daher sind sehr große und teure Apparate nötig.

2. Zur Regeneration muß 6–8 mal soviel Kochsalz verwendet werden, als Kalk von Permutit gebunden worden ist. Da nun Kochsalz stets mit Kalk und Magnesia verunreinigt ist, muß außerdem alle 3–4 Wochen das doppelte Quantum zugesetzt werden.

3. Ein zu hoher Chloridgehalt des zu reinigenden Wassers beeinträchtigt die Wirkung, wenn das Chlor an Alkalien gebundenes ist, wie an Chlormagnesium, aber auch Chlornatrium.

4. Eisen, Öl, Schlamm, kurz jede mechanische Verunreinigung ist vorher aus dem Wasser zu entfernen.

5. Die zu reinigenden Wasser müssen neutral reagieren, weil jeder Säuregehalt die Wirkung des Permutits beeinträchtigt (das Wasser darf also keine freie Kohlensäure enthalten!).

6. Wegen der großen Anreicherung von Soda und Glaubersalz im Kessel müssen jeden Tag 1–2 cbm Wasser aus dem Kessel abgelassen, und alle 4 Wochen muß der Kessel ganz entleert und mit reinem Wasser frisch aufgefüllt werden (siehe oben).

Das Fazit der Zerlegung von doppelkohlensaurem Natron in Kohlensäure und einfache kohlensaures Natron und der vorstehend angeführten 6 Punkte ist, daß eine ganz außerordentlich penible Sorgfalt auf die Bedienung der Permutitfilter zu verwenden ist, die aber die geschilderten Nachteile der Methode wohl nicht ganz aufzuheben vermag.

Einer der Übelstände bei den bis jetzt kritisierten Methoden, die Belastung des Speisewassers mit löslichen Salzen, die infolge von chemischen Reaktionen sich bilden und im Filtrat in den Kessel gelangen, wird durch die thermische Wasserréinigung in den Vapor und Gestraapparaten vermieden.

Nach diesen Methoden muß das Speisewasser vor dem Eintritt in den Verdampfungsraum Filter passieren, die in geeigneter Weise im Kesselinnern angebracht sind.

Hauptbedingungen für die Konstruktion dieser Filter sind große Oberflächen. Der Gestraapparat hat vor dem Vaporfilter den Vorteil der größeren Fläche. Denn während der erstere unseres Wissens eine Länge von 2,5 m und eine Breite von 90 cm hat, besitzt das Vaporfilter nur 1 qm Querschnitt. Der Gestraapparat hat außerdem halbrunde Mulden, wodurch die Unterflächen dieser Mulden ausgenutzt werden, wogegen die Unterflächen des Vapors hohl sind, also gar nicht benutzt werden.

Die Wirkung dieser Filter beruht nun darauf, daß bei den hohen, im Kesselinnern herrschenden Temperaturen die in Wasser gelösten Kalk- und Magnesiabicarbonate ausgeschieden werden. Die dabei

freiwerdende Kohlensäure wird vom Dampf mitgenommen, und die Niederschläge sollen im Filter zurückgehalten werden.

Gipshaltige Wasser werden aber dabei keinesfalls enthartet. Denn der Behauptung, daß sich auch der Gips bei einer Temperatur von ca. 150°, entsprechend einem Druck von  $4\frac{1}{2}$  Atm., der allerdings in allen Dampfkesseln erreicht wird, vollständig niederschlägt, müssen starke Zweifel entgegengesetzt werden. Jedenfalls ist aber dazu ein größerer Zeitraum für die Einwirkung der hohen Temperatur erforderlich, der wohl in den allermeisten Fällen nicht einzuhalten ist, weil die Kesselspeisung beinahe unausgesetzt vor sich gehen muß. Bei Gipsgehalt des Wassers müßte also jedenfalls eine vorhergehende Reinigung durch Soda stattfinden. Aber auch dem vollständigen Niederschlage der kohlensauren Salze wird sich dieselbe Bedingung, daß eben eine gewisse Zeit zur Abscheidung nötig ist, entgegensemmen. Bei Betriebsanforderungen, die abwechselungsweise schwache und starke Dampferzeugungen bedingen, bei allen größeren Dampfanlagen stoßen diese Forderungen auf Unerfüllbarkeit. Dazu kommt, daß bei hartem Wasser die Filterlöcher sich sehr schnell zustopfen, daß also das Wasser nur mit Schwierigkeit in den Verdampfungsraum gelangt. Dieser Übelstand könnte nur durch eine häufige Säuberung der Filter beseitigt werden, was aber ohne Betriebsstörungen nicht vor sich gehen könnte.

Infolgedessen dürften sich die Apparate wohl nur — dies aber sehr gut — zur Reinigung des Dampfes von mitgerissenem Schlamm empfehlen.

Die Kosten der verschiedenen Reinigungsarten setzen sich zusammen aus den allen gemeinschaftlichen Posten der Amortisation und Verzinsung, den Ausgaben für Löhne und Aufsicht und den Preisen der zur Verwendung kommenden Chemikalien. Während die Ausgaben auch für Löhne und Aufsicht sich bei allen der beschriebenen Methoden so ziemlich gleich bleiben werden, jedenfalls aber beim Permutitverfahren die höchsten sind, ändern sich die Preise für Chemikalien nach der Menge der Zusätze. Nach Heydeprlem betragen sie — auf die Preise vor dem Krieg bezogen — für 1 cbm zu reinigenden Wassers, bei dem in 100 000 Teilen 3,1 Tl. Magnesia, 18,7 Tl. Kalk (die zum Teil an Kohlensäure gebunden sind) und 12,28 Tl. Schwefelsäure enthalten sind, bei Verwendung von 1. Soda allein 5,76 Pf; 2. von Kalk und Soda 2,43 Pf; 3. von Ätznatron 4,74 Pf.; 4. beim Permutitverfahren 4,5 Pf.

(Schluß folgt.)

## Über die quantitative Bestimmung des Quecksilbers in organischen Verbindungen.

Von A. WÖBER.

(Mitteilung aus der landw.-bakteriolog. und Pflanzenschutzstation in Wien.)

(Eingeg. 16./1. 1920.)

Außer der umständlichen Methode von Carius<sup>1)</sup>, „die sich für die Aufschließung mancher organischer Verbindungen eignet“, existiert ein von Rupp<sup>2)</sup> angegebener Weg zur Bestimmung dieses Metalls in Nichtelektrolyten. Das Quecksilberpräparat wird mit konzentrierter Schwefelsäure und Kaliumsulfat in einem Kjeldahlkolben zum Sieden erhitzt, bis die Flüssigkeit wasserhell geworden ist. Der Kolben ist mit einem einfach durchbohrten Korkstopfen verschlossen, welcher ein 40–50 cm langes Steigrohr trägt. Diese allgemein brauchbare Methode leidet an dem Übelstande, daß bei vielen organischen Substanzen sehr langes Kochen bis zur Zersetzung nötig ist, und daß bei sehr flüchtigen Quecksilberpräparaten geringe Mengen unzersetzt durch das Steigrohr entweichen können.

Sehr rasch kommt man zum Ziel, wenn zur Zersetzung der organischen Substanz außer konzentrierter Schwefelsäure noch 30%iges Wasserstoffperoxyd (Perhydrol „Merck“) mit verwendet wird. Der Gang der Methode gestaltet sich folgendermaßen:

In einen etwa 200 ccm fassenden Erlenmeyerkolben werden etwa 0,2–0,5 g fein pulverisierte Substanz eingewogen. Man fügt 5 ccm chemisch reine konzentrierte Schwefelsäure hinzu und schüttelt rasch zur Vermeidung von Klumpenbildung vorsichtig um, bis die Substanz in der Säure gleichmäßig verteilt ist. Der Kolben wird mit einem doppelt durchbohrten Stopfen verschlossen; durch die

<sup>1)</sup> Treadwell, II. Bd. 1917. S. 139 u. 280.

<sup>2)</sup> Arch. d. Pharm. 243, 1 [1905].

eine Bohrung führt ein kleiner Tropftrichter, durch die zweite ein entsprechend gebogenes Glasrohr, verbunden mit einer etwa 20 ccm fassenden Peligotröhre, welche durch Einhängen in ein Gefäß mit kaltem Wasser gekühlt wird. In den Tropftrichter füllt man je nach der abgewogenen Substanzmenge 0,5–1 ccm Perhydrol, in die Peligotröhre etwa 5 ccm destilliertes Wasser. Der Kolben mit Inhalt wird mit kleiner Flamme auf 50–60° erwärmt, hierauf der Brenner entfernt und unter Umschwenken das Perhydrol langsam tropfenweise zugefügt. Die Verbrennung der organischen Substanz erfolgt alsbald unter starker Wärmeentwicklung; hat die Hauptreaktion nach einigen Minuten nachgelassen, wird weiter erhitzt, bis sich im gekühlten Peligotrohre weiße Nebel von  $\text{SO}_3$  zeigen und der Inhalt des Kolbens völlig entfärbt ist. Man läßt nun abkühlen und fügt unter Umschwenken 10 ccm destilliertes Wasser hinzu, nimmt den Kolben ab und fügt zur gut gekühlten Masse etwa 1 g Natriumchlorid zu, damit schwer lösliche basische Quecksilbersalze später in Lösung gehen. Um die noch vorhandene überschüssige Sulfomonoperschwefelsäure zu zerstören, wird mit starker Natronlauge (spez. Gew. etwa 1,3) neutralisiert (von Zeit zu Zeit abkühlen; zum Schluß kann man sich des Methylorange als Indikator bedienen), hernach der Kolben mit der übrigen Apparatur verbunden und 10 Minuten mit kleiner Flamme gekocht. Nach dem Abkühlen spült man den Inhalt des Kolbens und den Peligotrohre in eine gut schließende Stöpselflasche und füllt bis höchstens 100 ccm mit destilliertem Wasser auf.

Die weitere quantitative Bestimmung des Quecksilbers erfolgt nach der jodometrischen Methode von Kupp<sup>3)</sup>. Das Quecksilber wird in alkalischer Lösung mit Formaldehyd metallisch niedergeschlagen, durch Jodlösung zu Quecksilberjodid umgesetzt und das unverbrauchte Jod mit Thiosulfat zurückgemessen. Man versetzt hierzu die Lösung unter tüchtigem Umschwenken mit 1–2 g Jodkalium, so daß der anfänglich entstehende Niederschlag von Quecksilberjodid wieder in Lösung geht. Alsdann wird mit 10 ccm etwa 30%iger Natronlauge alkalisch gemacht und sofort unter Umschwenken 15 ccm einer Mischung aus 6 ccm reiner 40%iger Formaldehydlösung und 20 ccm Wasser langsam zugesetzt. Man schüttelt etwa 2 Minuten kräftig durch und läßt 30 Minuten unter öfterem Umschwenken stehen. Hernach säuert man mit etwa 10 ccm Eisessig (nicht mit Mineralsäure!) an, schüttelt durch und fügt sofort ein überschüssiges Volumen (25 ccm) von  $1/10\text{-n}$ -Jodlösung zu. Nachdem man sich, was sehr wichtig ist, davon überzeugt hat, daß am Grunde des Gefäßes kein ungelöstes Quecksilber mehr lagert und den Lösungsprozeß nötigenfalls durch kräftiges Schütteln befördert hat, wird der Jodüberschuß durch  $1/10\text{-n}$ -Thiosulfat und Stärkelösung zurücktitriert. Nach der Reaktionsgleichung entspricht 1 Hg = 2 J, daher 1 ccm  $1/10\text{-n}$ -Jodlösung = 0,01 g Hg.

Da ein Unterschied von 0,05 ccm  $1/10\text{-n}$ -Jodlösung schon eine erhebliche Abweichung in der Menge des Quecksilbers bedingt, empfiehlt es sich, den letzten Rest des Jods mit  $1/100\text{-n}$ -Thiosulfat zu titrieren.

Bei nicht vollständiger Zersetzung der Perschwefelsäure oder bei N-haltigen organischen Substanzen, wobei durch die Oxydation Salpetersäure gebildet wird usw., kann es vorkommen, daß nach dem Jodkaliumzusatz sich etwas Jod abscheidet. Da dieses bei der Alkalisierung in Jodid und Hypojodid übergeführt und letzteres durch den Formaldehyd gleichfalls zu Jodid reduziert wird, so braucht hierauf nicht besonders geachtet zu werden. Während der Reduktionsdauer mit Formaldehyd von 30 Minuten (nach Rupp genügen 2 Minuten; doch mußte diese Zeit bei vorliegender Methode verlängert werden, um völlige Reduktion zu Quecksilber herbeizuführen) muß öfters gut geschüttelt werden, da es sonst, wie schon Rupp mitteilt, vorkommen kann, daß zunächst ausfallendes und rasch absitzendes Quecksilberoxydyl von metallischem Quecksilber umschlossen außer Kontakt mit der Formaldehydlösung bleibt und nicht vollständig reduziert wird.

Bei der Analyse z. B. von Chlorphenol-Quecksilber nach der geschilderten Methode wurden im Mittel von 8 Versuchen 58,97% Quecksilber gefunden, nach der Methode von Carius und Vollhard 58,82%. [A. 12.]

<sup>3)</sup> Chem.-Ztg. 32, 1077 [1908].

## Neue Farbstoffe und Musterkarten.<sup>1)</sup>

Von Dr. PAUL KRAIS.

(Mitteilung aus dem Deutschen Forschungsinstitut für Textilindustrie in Dresden.)  
(Eingeg. 7.2. 1920.)

### Badische Anilin- und Soda-fabrik.

Wir erhielten von dieser Firma eine Anzahl besonders schöner Musterwerke, die hier noch nicht besprochen wurden, die aber zum Teil älteren Datums sind:

1. Substantive Farbstoffe auf Baumwollgarn, 456 Muster.
- 1–5. Substantive, basische, Kryogen-, Indanthren- und Indigo farbstoffe auf Baumwollstückware, 336 Muster.
4. Anilinfarben auf Baumwollgarn (basische Farbstoffe), 384 Muster.
5. Indanthren- und Alizarinfarbstoffe, Indigo und Kupenrot auf Baumwollgarn, 468 Muster.
- 6–8. Woll- und Halbwollfarbstoffe, 408 Muster.
7. (6.) Einbadchromierfarbstoffe und walkechte Anilinfarbstoffe auf loser Wolle, 80 Muster.
7. Die Anwendung der Alizarinfarben I, ein Rezeptbuch mit 253 Seiten Text und 23 Tafeln mit Apparaten. Alizarin- und sonstige Beizenfarbstoffe auf loser Wolle, 128 Muster.
8. Anilin- und Indanthrenfarbstoffe auf Halbseide, 161 Muster. Bleichen und Färben von Papiergarn gewebe, ein Rezeptheft, mit einer Zusammenstellung der aus Papiergarn hergestellten Artikel.
- Anilinfarben auf gemischten Geweben, 35 Muster. Anilin-, Kryogen-, und Indanthrenfarbstoffe auf Kunstseide, Chardonnet-, Glanzstoff- und Viscoseseide, 460 Muster.
- Anilin- und Alizarinfarben auf Seide, 226 Muster.
9. Die Reduktionsätzen und die dafür geeigneten Farbstoffe, ein Rezeptheft. Indigo rein B. A. S. F., Leukotropverfahren, ein Rezeptbuch mit 47 Mustern.

### Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co.

1. Benzolichtgrau BL, ein besonders lichtecktes, direktziehendes Grau für Baumwolle und Halbseide, das in 49 Mustern vorgeführt wird. Moderne lichteckte Töne auf Baumwoll- und Leinenstoff, 42 Muster.
- Frotté, 48 Muster lichteckter baumwollener Bademantelstoffe.
2. Diazolichtfarben, 31 Muster auf Baumwollgarn. Benzoformfarben, 20 Muster auf Baumwollgarn.
3. Alizarin-Indigo farbstoffe mit Schwefelnatrium auf Baumwollgarn gefärbt, mit Bicarbonat und Kupfersulfat nachbehandelt, 28 Muster.
8. Gangbare Farbtöne auf Halbwoll-Herrenstoff, 18 Muster. Baumwollstoff mit Effekten aus Viscoseseide, 42 Muster. Lichteckte Farbstoffe mit Gegenbeispiele, je 40 Muster in Steindruck, den Einfluß der Belichtung zeigend.
9. Druckmuster aus der Praxis, 30 Zeugdruckmuster.
- Konversionseffekte zwischen Algol- und Alizarin-indigofarbstoffen einerseits und Chrombeizenfarbstoffen andererseits, 15 Druckmuster.

### Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning.

8. Thiogenfarben auf Stapelfaser, 36 Muster auf loser Fasér. [A. 19.]

<sup>1)</sup> Vgl. Angew. Chem. 32, Aufsatzteil S. 262, auch wegen der die Reihenfolge betreffenden Nummern.