

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 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 Kupp³⁾. 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.]

³⁾ Chem.-Ztg. 32, 1077 [1908].

Neue Farbstoffe und Musterkarten.¹⁾

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.]

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