

Es wurde von jedem Mitläufer ein Längsstreifen (der Breite nach) geschnitten, dann mit lauem Wasser ohne Reiben gespült (zur Beseitigung der lösl. Salze und nicht fixierten Farbstoffmengen) dann in die laue (60° C) Lösung des Fermasols DB eingelegt und 30 Minuten lang darin liegen gelassen; gespült und getrocknet. Die Abwägung der Gewebe erfolgte unter Beobachtung gleicher Temperaturverhältnisse.

Durch die Beseitigung der Druckfarbverdickungen waren die Mitläufer vollständig weich geworden — und durch das nachträgliche Auskochen auch reiner. [A. 13.]

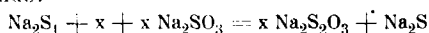
## Titrimetrische Bestimmung von Polysulfidschwefel.

Von Dr. A. WÖBER.<sup>1)</sup>

(Eing. 11./1. 1921.)

In einer früheren Arbeit<sup>2)</sup> habe ich gezeigt, daß sich Polysulfid-schwefel neben Monosulfid- und Thiosulfatschwefel titrimetrisch bestimmen läßt, wenn man die Schwefelverbindungen in alkalischer Lösung von bestimmtem Gehalt mit Wasserstoffsuperoxyd zu Sulfaten oxydiert und den Überschuß an Lauge hernach titriert. Dazu läßt man ein abgemessenes Volumen der Polysulfidlösung zufließen zu einem gemessenen Volumen Normalnatronlauge, welche mit saurem Wasserstoffsuperoxyd (Perhydrol) vermischt wurde. Man erhitzt vorsichtig bis zur reichlichen Sauerstoffentwicklung mit kleiner Flamme, steigert langsam die Temperatur und kocht schließlich bis zur Zerstörung des Wasserstoffsuperoxyds. Nach dem Abkühlen wird auf ein bestimmtes Volumen aufgefüllt und in einem aliquoten Teil der Flüssigkeit der Überschuß an Lauge titrimetrisch bestimmt.

Sehr bequem läßt sich auch die Umsetzung zwischen Polysulfid und neutralem Alkalisulfid zu Thiosulfat und Monosulfid zur titrimetrischen Bestimmung des Polysulfidschwefels ausnützen. Die Reaktionsgleichung zwischen Natriumpolysulfid zum Beispiel und Natriumsulfid ist folgende:



Diese Reaktion, wobei x die Anzahl Polysulfidschwefelatome bezeichnet, verläuft quantitativ, in der Kälte verhältnismäßig langsam, bedeutend schneller beim Erwärmen. Es wurden z. B. 10 cm<sup>3</sup> verdünnte Alkalipolysulfidlösung zufließen gelassen zu 10 cm<sup>3</sup> Natriumsulfidlösung (enthaltend 0,276 g Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>) und die Mischung auf 200 cm<sup>3</sup> aufgefüllt. In entsprechenden Zeitintervallen wurde in einem aliquoten Teil der Flüssigkeit der Sulfidgehalt ermittelt; folgende Tabelle zeigt den Reaktionsverlauf quantitativ an.

		Gehalt der 200 cm <sup>3</sup> Flüssigkeit an Na <sub>2</sub> SO <sub>3</sub> :
I.	2 Min. nach der Vermischung:	0,148 g
II.	5 "	0,103 g
III.	10 "	0,059 g
IV.	15 "	0,044 g
V.	20 "	0,022 g
VI.	30 "	0,015 g
VII.	1 Std.	—

Nach 1 Stunde wurde also das Sulfid aus der Lösung zur Bildung von Thiosulfat verbraucht, aus der Menge Sulfid (0,276 g Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>) berechnet sich der zur Umsetzung verwendete Polysulfidschwefel zu 0,0701 g S. Durch quantitative Ermittlung des in der Flüssigkeit gebildeten Natriumthiosulfats nach Verlauf der Reaktion, also nach 1 Stunde (= 0,1403 g) wurde der Polysulfidschwefelgehalt berechnet zu 0,0701 g S.

Bedeutend schneller, wie erwähnt, verläuft die Reaktion zwischen Polysulfid und Sulfid zu Thiosulfat und Sulfid beim Erwärmen auf etwa 40—50° C; schon nach 10 Min. ist die Umsetzung quantitativ vollendet.

Die Analyse gestaltet sich folgendermaßen: eine gemessene Menge der entsprechend mit ausgekochtem, destilliertem Wasser verdünnten Polysulfidlösung läßt man einfließen in überschüssige Natriumsulfidlösung (enthaltend etwa 10<sup>0</sup> „ Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> · 7H<sub>2</sub>O). Man erwärmt ohne weitere Verdünnung unter Schütteln auf 40—50° C bis zur völligen Entfärbung der Mischung, läßt diese 15 Min. stehen, kühlt dann ab und füllt hernach mit ausgekochtem destilliertem Wasser auf ein bestimmtes Volumen auf. Man schüttelt gut durch und bestimmt in einem aliquoten Teil der Flüssigkeit den Thiosulfatgehalt, entstanden durch Umsetzung zwischen Polysulfid und Sulfid. Die Ermittlung des Polysulfidschwefelgehaltes aus der Abnahme des Sulfidgehaltes der zugesetzten Natriumsulfidlösung ist wegen der leichten Oxydationsfähigkeit schwer möglich, außerdem scheidet sich bei einem etwaigen Gehalt der Polysulfidlösung an Kalk schwer lösliches Calciumsulfid aus, welches sich der Bestimmung entziehen würde.

Zur quantitativen Ermittlung von Thiosulfat neben Sulfid und Sulfid eignen sich die Methoden von Bodnár<sup>3)</sup> und Feld-Sandner.<sup>4)</sup>

Bei der Ermittlung des Polysulfidschwefels nach vorliegender Methode muß aber darauf Rücksicht genommen werden, daß Polysul-

fidlösungen immer von vorn herein Thiosulfat enthalten. Es muß also vorerst der Thiosulfatschwefelgehalt der Polysulfidlösung selbst ermittelt werden, wozu sich die Methode Bodnár sehr gut eignet. Bezeichnet man den Thiosulfatschwefelgehalt der ursprünglichen Polysulfidlösung mit x, den Thiosulfatschwefelgehalt der Flüssigkeit nach Umsetzung des Polysulfids mit dem Sulfid mit y, so berechnet sich

der Polysulfidschwefelgehalt aus  $\frac{y-x}{2}$ , das heißt die Hälfte des Zu-

wachses an Thiosulfatschwefel gibt den Polysulfidschwefelgehalt an.

Enthält die Polysulfidlösung Alkalikarbonate, so bestimmt man den ursprünglichen Thiosulfatgehalt der Lösung dadurch, daß man das Karbonat und den Sulfidschwefel mit Cadmiumacetat oder Zinksulfat fällt und im Filtrat das Thiosulfat mit  $\frac{n}{10}$  Jodlösung titriert. Um den Thiosulfatzuwachs in diesem Fall nach der Umsetzung zwischen Polysulfid und Sulfid zu finden, fällt man ebenfalls mit Cadmiumacetat oder Zinksulfat das Karbonat und Sulfid aus und bestimmt im Filtrat das Thiosulfat neben dem unverbrauchten Sulfid nach Bodnár oder Sander.

Die Methode wurde unter anderen z. B. an der im Pflanzenschutz vielfach verwendeten Schwefelkalkbrühe (eine Lösung von Polysulfiden des Calciums) erprobt. Zur Untersuchung wurde die Originalbrühe (20° Bé) mit ausgekochtem destilliertem Wasser verdünnt, und zwar 10 cm<sup>3</sup> auf 200 cm<sup>3</sup>.

Die Bestimmung des ursprünglichen Thiosulfatschwefelgehaltes der Polysulfidlösung wurde nach der Methode Bodnár ausgeführt. 100 cm<sup>3</sup> Originalbrühe enthielten 3,93 g Thiosulfatschwefel (= x).

Zur Bestimmung des Thiosulfatschwefelgehaltes betriebs Ermittlung des Polysulfidschwefels wurden 25 cm<sup>3</sup> verdünnte Brühe einfließen gelassen in 20 cm<sup>3</sup> 10<sup>0</sup> „ige Natriumsulfidlösung, hernach bis zur Entfärbung auf etwa 40—50° C erwärmt, 15 Min. stehen gelassen und nach dem Abkühlen auf 250 cm<sup>3</sup> mit ausgekochtem Wasser aufgefüllt. Infolge des Kalkgehaltes der ursprünglichen Lösung scheidet sich schwer lösliches Calciumsulfid und Calciumsulfid ab. Man läßt absetzen und bestimmt in einem aliquoten Teil der klaren Flüssigkeit das Thiosulfat nach Bodnár. 100 cm<sup>3</sup> Originalbrühe enthielten 18,18 g Thiosulfatschwefel (= y).

Der Polysulfidschwefelgehalt in 100 cm<sup>3</sup> Originalbrühe beträgt daher berechnet aus der halben Thiosulfatschwefelzunahme  $\frac{(y-x)}{2} = 7,12\text{g}$ .

Nach der Oxydationsmethode<sup>5)</sup> wurden in 100 cm<sup>3</sup> Originalbrühe 7,11 g Polysulfidschwefel gefunden, die gravimetrische Bestimmung des Polysulfidschwefels aus dem Gesamtschwefel (13,32 g) minus Thiosulfatschwefel (3,93 g), Monosulfidschwefel (2,01 g) und Sulfatschwefel (0,12 g) ergab 7,26 g. [A. 7.]

## Vor- und Nachteile feinporiger Filtrierpapiere.

Von Dr. J. GROSSFELD, Osnabrück.

(Eing. 9./2. 1921.)

Es gibt eine Anzahl feiner Niederschläge, deren Filtration durch gewöhnliches Filtrierpapier ungewöhnliche Schwierigkeiten bereitet. So ist die Filtration von Bariumsulfat, Calciumoxalat, Tierkohle, Ton und Boden auf gewöhnliche Weise als schwierig und unangenehm bekannt.

Diese Mängel zu überwinden sind besonders dicht gefügte Filtrierpapiere von verschiedenen Firmen im Handel, die aber, soweit sie nur aus Papierfasern bestehen, alle ohne Ausnahme an dem großen Fehler leiden, daß sie viel zu langsam filtrieren, sich leicht verstopfen und daher erhebliche Opfer an Arbeitszeit und Geduld erfordern, und zwar um so mehr, je feiner gefügt, also je dichter sie sind. Dieser Mangel solcher reiner Papierfilter kann nur durch Lockerung der Schichtung, also auf Kosten der Feinporigkeit behoben werden.

Vor einigen Jahren habe ich nun in dieser Zeitschrift<sup>1)</sup> auf ein neuartiges feinporiges Filtrierpapier, das auf meine Veranlassung hin von Macherey, Nagel & Co. in Düren hergestellt wird, hingewiesen, das sich inzwischen in allen Laboratorien von einiger Bedeutung eingeführt hat. Dieses Papier besitzt die Eigenart, daß es in den Poren zwischen den Papierfasern Kieselgurteilchen enthält, die ihrerseits die Rolle der Filtration übernehmen und dann als äußerst feinporiges, aber doch noch ziemlich rasch filtrierendes Filter wirken. Die Scheidefähigkeit des Papiers war so erheblich, daß es mir zum Beispiel gelang, unter ungünstigsten Bedingungen in der Kälte gefälltes Calciumoxalat glatt zurückzuhalten und auf diese Eigenschaft ein Verfahren zur Bestimmung des Calciums<sup>2)</sup> aufzubauen, das an Einfachheit und Schnelligkeit der Ausführung einerseits und an Genauigkeit der Resultate andererseits von keinem andern übertroffen wird. Es hat sich besonders für Massenanalysen hervorragend bewährt und läßt sich in zweckmäßiger Abänderung besonders auch in der Wasseranalyse, wie ich an anderer Stelle dargelegt habe,<sup>3)</sup> vorzüglich verwerten.

<sup>1)</sup> Mitteilung aus der Staatsanstalt für Pflanzenschutz in Wien.

<sup>2)</sup> Chem. Ztg. Cöthen 1917, Nr. 83/84, S. 569.

<sup>3)</sup> Cöth. Chem. Ztg. 1915 S. 716.

<sup>4)</sup> Treadwell, Lehrb. d. analyt. Chemie VII. Aufl. 1917 II. Bd. S. 504.

<sup>5)</sup> Cöth. Chem. Ztg. 1917, Nr. 83/84 S. 569.

<sup>1)</sup> Zeitschr. angew. Chem. 1916, I, S. 364.

<sup>2)</sup> Siehe Chemiker-Zeitung 1917, 41, S. 842.

<sup>3)</sup> Siehe Zeitschrift f. Unters. d. Nahrungs- und Genußm. 1916, 34, S. 325.

Natürlich besitzt das neue Filtrierpapier vermöge seiner Zusammensetzung einen erhöhten Aschengehalt. Die Asche besteht jedoch aus fast reiner Kieselsäure, die bei den meisten Filtrationen völlig unlöslich bleibt. Ferner ist das Papier wegen seines Gehaltes an Kieselgur ziemlich weich und verträgt hinsichtlich der Zerreißfestigkeit im feuchten Zustande keine zu hohe Belastung. Bei der Knickung der Filter entstehen bisweilen durch Herausfallen der Filtermasse kleine Lücken, die sich aber durch Zusatz einer Messerspitze voll reiner Kieselgur zu der zu klärenden Flüssigkeit leicht schließen lassen.

Unter Beachtung dieser Umstände werden diese Filter von unschätzbarem Werte bei so vielen schwierigen Filtrationen, woraus sich ihre steigende Anwendung und Beliebtheit in Laboratorien und bei manchen technischen Filtrationen erklärt. [A. 21.]

## Rundschau.

**Darf der Geschäftsherr dem angestellten Chemiker wegen nicht gehöriger Vertragserfüllung das Einkommen kürzen?** Der Kläger hatte mit dem Beklagten einen Vertrag geschlossen, demzufolge der Kläger als Chemiker, dem die Gesamtleitung des dem Beklagten gehörigen Fabrikbetriebes oblag, bei dem Beklagten vom 1. Juni 1919 ab mit vierteljährlicher Kündigung gegen eine Entschädigung von vierteljährlich 10000 Mark angestellt wurde. Auf Veranlassung des Klägers wurde bald nach seinem Eintritt in die Fabrik des Beklagten die vierteljährliche Kündigung in eine solche mit Sechswochenfrist auf Quartalschluß umgewandelt. Als er nun nach rechtzeitiger Kündigung seine Stellung am 30. September 1919 verließ, zahlte der Beklagte ihm für das Vierteljahr Juli/September 1919 nur 4500 Mark und erhob gegenüber der Klage des Chemikers den Einwand der Arglist.

Der Kläger, so behauptete er, habe arglistig gehandelt, als er mit ihm, dem Beklagten, die Änderung der Kündigungsfrist vereinbarte. Schon damals habe er die Absicht gehabt, aus seiner Stellung auszuscheiden. Er, der Beklagte, habe dem Kläger ausdrücklich erklärt, er bewillige ihm die vereinbarte hohe Entschädigung nur in der Erwartung, ihn als dauernden Mitarbeiter zu gewinnen. Beabsichtigte der Kläger schon nach so kurzer Zeit die Stellung aufzugeben, so hätte er sich alsbald darüber äußern müssen. Der Kläger habe aber auch die übernommene Tätigkeit nicht pflichtmäßig erfüllt. Vertraglich sei er verpflichtet gewesen, eine Zusammenstellung über die Herstellungsart der in der Fabrik zu erzeugenden Waren anzufertigen. Auch dieser Verpflichtung sei der Kläger nicht nachgekommen.

Der Beklagte ist jedoch mit diesen Einreden nicht durchgedrungen.

Der Kläger, so führte das Oberlandesgericht Hamburg aus, hat sich der vertraglich ausgemachten Kündigung bedient, also ein ihm zustehendes Recht ausgeübt. Der für einen Dienstvertrag gesetzlich geltenden oder vertraglich ausgemachten Kündigung sich zu bedienen, ist aber nicht arglistig. Hat der Kläger den Beklagten in der Erwartung, er werde dauernd für ihn tätig sein, getäuscht, so verletzt er doch kein Recht damit, um so weniger, als der Beklagte aus der Änderung der Kündigungsmöglichkeit während des bestehenden Vertrages entnehmen mußte, daß der Kläger an die Aufkündigung des Vertrages dachte.

Weiter macht der Beklagte geltend, der Kläger habe seine Pflichten aus dem Dienstvertrage nicht gehörig erfüllt. Die Einrede des nicht gehörig erfüllten Vertrages ist aber beim Dienstvertrage nicht möglich. Leistet der Dienstverpflichtete die übernommenen Dienste überhaupt nicht, so mag es sein, daß ihm dann der Dienstlohn einbehalten werden darf. Dieser Fall liegt hier jedoch nicht vor, der Beklagte behauptet nur nicht gehörige Dienstverrichtung seitens des Klägers. Eine solche kann dem Geschäftsherrn ein Recht auf sofortige Kündigung geben, sie kann auch den Verpflichteten schadensersatzpflichtig machen — die Leistung der versprochenen Vergütung aber kann dadurch nicht berührt werden. Denn beim Dienstvertrag ist das Maß der Dienste, die vielfach nur in Bereitschaft bestehen, nicht derart mit dem Dienstlohn verknüpft, daß eines nach dem anderen zu bemessen wäre, wie z. B. Preis und Ware. Hier tritt das Recht der sofortigen Kündigung als Rechtsbehelf zugunsten des Geschäftsherrn an die Stelle der Einrede des nicht gehörig erfüllten Vertrages. (Oberlandesger. Hamburg, V. ZS. 27. 4. 20.)

## Personal- und Hochschulnachrichten.

Vor kurzem wurde das von der Darmstädter Hochschulgeseilschaft mit Mitteln der Papier-, Zellstoff- und Holzschliffindustrie sowie der papierverarbeitenden Industrie eingerichtete neue Institut für Cellulosechemie der Technischen Hochschule und damit seiner Bestimmung übergeben. Der an der Technischen Hochschule seit 1912 bestehende Lehrstuhl für Cellulosechemie war bisher in unzureichenden Räumen des Instituts für organische Chemie untergebracht. Das neue Institut dient dem Unterricht und der Forschung auf dem genannten Gebiete. Es wird geleitet von Professor Dr. Emil Heuser.

Dr. H. C. Muldoon hat seine Stellung als Prof. d. Chemie am Albany College of Pharmacy aufgegeben und hat einen Ruf als Dekan

u. Prof. der Chemie an der School of Pharmacy, Valparaiso University, Valparaiso, Ind., angenommen.

Dr. I. Remsen, Präsident der Johns Hopkins Universität, früher Prof. der Chemie daselbst, hat eine Stellung bei der Standard Oil Co. als beratender Chemiker angenommen.

L. J. Waldbauer hat seinen Dienst bei der Fa. E. I. du Pont de Nemours & Co. aufgegeben und ist gegenwärtig Dozent für Chemie an der University of Maine, Orono, Me.

Es wurden berufen (gewählt): D. E. Cable, zum Forschungschemiker an der Agricultural Experiment Station der Universität Wyoming; Dr. E. P. Deatrick, früher Dozent an der Pennsylvania State Forestry Academy, Franklin County, Pa., zum Dozenten für Bodentechnologie am College of Agriculture, Ithaca, N. Y.; C. E. Frick, früher Chemiker der Philadelphia Rubber Works Co., Akron, Ohio, zum Dozenten für allgemeine Chemie an der Universität Wisconsin, Madison, Wis.; Prof. A. F. Gilman, Ph. D., früher Prof. der Chemie an der Illinois Wesleyan-Universität, Bloomington, Ill., zum Vorstand der Abteilung Chemie am Carroll College, Waukesha, Wis.; Dr. Friedr. Korten, Oberhausen zum Direktor der Nebenprodukten-Verwertungsgesellschaft Deutscher Gaswerke Frankfurt-M.; Prof. H. R. Moody zum Prof. f. chemische Ingenieurwissenschaft in der Abteilung Chemie, a. o. Prof. W. L. Prager zum o. Prof. u. J. A. Rabor zum Dozenten an der Universität New York.

Gestorben sind: F. Behringer, Begründer des Instituts für Eiweißforschung und Ehrenbürger der Universität Heidelberg, Mitarbeiter u. Mitteilhaber der Fa. Dr. A. Oetker, Bielefeld, am 9. II. — Dr. H. A. Bumstead, Prof. d. Physik an der Yale Universität, Vorsitzender des National Research Council. — Fabrikdirektor G. Jellinek, Wien, am 3. I. 21.

## Bücherbesprechungen.

**Enzyklopädie der Küpenfarbstoffe.** Von Dr.-Ing. Hans Truttwin. Verlag Julius Springer. Berlin 1920. Preis geh. M 130,—

Die Küpenfarbstoffe, von denen viele zu den echten und wertvollsten gehören, die wir unter den Teerfarbstoffen besitzen, stehen gegenwärtig im Brennpunkte des Interesses der deutschen Chemiker. Unsere Konkurrenten auf dem Weltmarkt haben während des Krieges ihre Teerfarbenfabrikation vervielfacht und sind eifrig bemüht, mit Hilfe der uns „enteigneten“ Patente und der durch die Besichtigung unserer Fabriken gewonnenen Erfahrungen ihre Betriebe weiter auszubauen. Wenn sie nun auch in billigen Massenartikeln sehr Erhebliches leisten, so hören wir doch von allen Seiten, daß es ihnen bisher nicht gelungen ist, hochwertige Farbstoffe so herzustellen, daß den Anforderungen ihrer Textilindustrie damit gedient würde. Diesen Vorsprung auch auf die Dauer aufrecht zu erhalten, muß das eifrigste Bestreben unserer deutschen Farbstoffchemiker sein. Ein Werk, das einen vollständigen Überblick über die Zeitschriften- und Patentliteratur der Küpenfarbstoffe gibt, wird allen auf diesem Gebiete tätigen Fachgenossen hochwillkommen sein. Das Buch ist aus einer Preisaufgabe der Techn. Hochschule Charlottenburg herausgewachsen; für die Herausgabe in Buchform hat der Verfasser die Mitarbeiterschaft von Dr. R. Hauschka in Wien erworben. Es bringt die vollständige wissenschaftliche und Patentliteratur des Indigos und seiner Zwischenprodukte, sodann die der indiginen Küpenfarbstoffe; daran schließen sich die Küpenfarbstoffe der Naphthalin- und Anthrachinonreihe, sowie die küpenfärbenden Schwefelfarbstoffe der letzteren Reihen. Den zweiten Abschnitt bilden die Patentansprüche der einschlägigen deutschen Reichspatente nebst zugehörigen fremdländischen; den dritten die Patentanmeldungen; den vierten eine Gegenüberstellung der Anmeldungen und der Patente. Ein Nachtrag bringt die neuesten Veröffentlichungen bis zum Jahre 1918. Sorgfältige, ausführliche Register erleichtern die Benutzung des Buches. Wir haben uns von der praktischen Anwendung und guten Benutzbarkeit des Buches durch zahlreiche Proben überzeugt und hoffen, daß der Absatz so stark sein wird, daß es durch Neuauflagen oder Ergänzungen stets auf dem laufenden gehalten werden kann. R. [BB. 165.]

**Farbenchemisches Praktikum zugleich Einführung in die Farbenchemie u. Färbereitechnik.** Von Dr. Richard Möhlau u. Dr. Hans Th. Bucherer. 2., neubearbeitete Aufl. Berlin u. Leipzig 1920. Vereinigung wissenschaftl. Verleger Walter de Gruyter & Co. geb. M 45,—

Die 1. Auflage dieses trefflichen Leitfadens ist vor zehn Jahren durch unseren inzwischen dahingegangenen Altmeister H. Caro ausführlich besprochen worden. Der warmen Anerkennung der Ziele des Werkes und der Mittel und Wege, auf denen die Verfasser sie erreicht haben, können wir uns, nachdem wir es vielfach erprobt und die 2. Auflage einer Durchsicht unterzogen haben, nur vollinhaltlich anschließen. Wenn wir für eine spätere Auflage noch einige Wünsche aussprechen dürfen, so möchten wir vorschlagen, daß einige in neuerer Zeit besonders wichtig gewordene Farbstoffe, wie z. B. die bunten Schwefelfarben, die Algol-, Hydron-, Thioindigofarbstoffe und Naphthol A. S. eine eingehendere Würdigung finden möchten und daß die Zahl der Beispiele in dem Abschnitte der von der Verwendung der Farbstoffe handelt, etwas vermehrt wurde. Neben der eigentlichen Färberei sollte auch der Zeugdruck durch einige Beispiele erläutert werden.