

Nach Lockerung der Schliffteile hebt man den Schliffkonus unter ständigem Abspülen langsam aus der Schliffhülse und verschließt diese sofort mit einem passenden Schliffstopfen, während man das geschweifte Kölbchen säuerlich mit doppelt destilliertem Wasser ausspült. Das Waschwasser wird zum Inhalt des anderen Kölbchens gegeben und dieser Prozeß noch zweimal wiederholt. Sodann entfernt man ebenfalls unter Spülung den Schliffstopfen, fügt zur gesamten Lösung unter ständigem Schwenken  $\frac{1}{50}$  Natriumthiosulfat in hinreichendem Überschuß hinzu, verschließt wieder fest mit dem angefeuchteten Schliffstopfen und schüttelt den gesamten Kölbcheninhalt 5 min tüchtig durch. Dabei wird das vom Kohlenstoff adsorbierte Jod quantitativ mit dem Thiosulfat umgesetzt. Hierauf kühlt man das noch verschlossene Kölbchen unter der Wasserleitung, um gegebenenfalls herrschenden Überdruck im Innern des Kölbchens herabzusetzen, tüchtig ab und entfernt schließlich unter Spülung den Schliffstopfen vom Kölbchen, führt der Lösung 8 Tropfen einer 1%igen wäßrigen Stärke-Lösung bei, titriert mittels Kaliumjodat vorsichtig und in langsamer Tropfenfolge bis zur beginnenden Blaufärbung und titriert schließlich mit 1—2 Tropfen Thiosulfat auf Farblos zurück. Aus der Differenz der beiden verbrauchten Mengen an Titrierlösungen errechnet sich der Schwefel-Gehalt in bekannter Weise. Beim 5 min Schütteln der mit überschüssigem Thiosulfat versetzten Lösung beachte man, daß der Schliffstopfen fest sitzt; vorsichtshalber halte man während des Schüttelns den Daumen bzw. den Zeigefinger darauf.

Mit Hilfe dieser nunmehr modifizierten Arbeitsweise werden beide erkannten Fehlerquellen, 1. die Adsorption von Jod durch den entstandenen Kohlenstoff und 2. der Verlust von Schwefelwasserstoff beim Vereinigen der beiden Lösungen auf einfache Weise und ohne Bedarf einer besonderen Apparatur ausgeschaltet. Das ursprüngliche Verfahren wurde nur unwesentlich geändert, und die verblüffende Einfachheit und Wirtschaftlichkeit bleiben erhalten. Für den Aufschluß der Substanz, für die allgemeine Anwendbarkeit des Verfahrens und die Genauigkeit der Ergebnisse gilt das in den beiden früheren Veröffentlichungen Gesagte. Die Arbeitsdauer einer Bestimmung ändert sich nur ganz geringfügig, da man Zeit hat, während einer Bestimmung die Einwaage für die nächste Analyse zu machen (z. B. während der Oxydation des Schwefelwasserstoffs durch das Jod); sie beträgt 20 min.

Es wurde die Erfahrung gemacht, daß die beiden durch Normalschliff miteinander verbundenen Kölbchen von der in der Skizze ersichtlichen Form auch vorteilhaft zu anderen Reaktionen, die unter Ausschluß von Luft oder in einer bestimmten Atmosphäre ausgeführt werden müssen, verwendet werden können. Sie können in ihrer Größe beliebig geändert werden.

*Eingeg. 29. Oktober 1943. [A. 49.]*

## VERSAMMLUNGSBERICHTE

### Preußische Akademie der Wissenschaften.

#### Sitzung

der Mathematisch - Naturwissenschaftlichen Klasse  
am 9. Dezember 1943.

Prof. Dr. W. Eitel: *Das Problem des synthetischen Glimmers.*

Bei der Bedeutung der Glimmer für die Erkenntnis der Gesteinsbildung in der Natur, z. B. Graniten, Pegmatiten und ähnlichen Gesteinsarten, wurden zahlreiche Versuche mit dem Ziel angesetzt, die Synthese dieser Mineralien exakt durchzuführen. Abgesehen von zufälligen Bildungen der Glimmer in technischen Öfen und bei metallurgischen Prozessen interessieren vor allem systematische Untersuchungen über die Einflüsse der chemischen Zusammensetzung und der Mitwirkung von Mineralientoren. Unter hohem Wasserdampfdruck sind ausgesprochen hydrothermale Synthesen z. B. des Serizits und Muskovits gelungen; sie befriedigen jedoch nicht, wenn es sich um die Darstellung großer Kristallindividuen handelt. Hier konnte bisher nur die Einwirkung von Fluoriden zum Ziele führen, bei deren Gegenwart aus „trockener Schmelze“ Phlogopit-Glimmer erhalten wurden, welche sich zwar von dem natürlichen Glimmer durch hohen Fluor- und fehlenden Wassergehalt unterscheiden, im übrigen aber die physikalischen Eigenschaften derselben in allen Einzelheiten wiedergeben.

Für die praktische Verwendung des Glimmers z. B. in der Elektrotechnik als Isolationsmaterial sind bestimmte Eigenschaften von besonderer Bedeutung, die zum Teil auch durch keramische Stoffe erzielt werden können. Es besteht ferner die Möglichkeit, bestimmte mit den Glimmern kristallchemisch nahe verwandte Tonminerale durch geeignete Maßnahmen in Folienform zu gewinnen.

#### Gesamtsitzung vom 13. Januar 1944.

Prof. Dr. P. Ramdohr, Berlin: *Ausgestorbene Mineralien*

Da die Bildungsumstände vieler Mineralparagenesen nach Druck, Temperatur, Lösungsgenossen usw. außerordentlich von denen abweichen, die an der Erdoberfläche augenblicklich herrschen, kann ein Großteil der Mineralien nicht mehr stabil sein. Es ist auch anzunehmen, daß einigermaßen reaktionsfähige Verbindungen längst zerfallen, also als „Mineralien“ ausgestorben sind.

In vielen Fällen kann man aus mancherlei Indicien auf solche zurückschließen. Den einfachsten Fall stellen die sogenannten Pseudomorphosen dar, die zunächst die Form, dann aber gewöhnlich auch — nicht immer — Reste des ursprünglichen chemischen Bestandes erhalten haben, gelegentlich sogar der unveränderten Substanz. Oft sind die alten Mineralien auch völlig herausgelöst, die Form aber als scharfe Hohlräume erhalten, so scharf, daß kristallographische Messungen und Schlüsse daraus möglich sind. In einigen Paragenesen finden sich dann eigenartige Verwachsungsstrukturen, z. B. auf größere Erstreckung hin einheitlich orientierte Lamellen von Fremdmineralien, die das verschwundene Mineral abformen. Auch bezeichnende Feinverschränkungen mehrerer Mineralien, sogenannte Myrmekite, können durch Zerfall unbeständig gewordener Verbindungen entstanden sein. Stofflich braucht hier der jetzige Bestand nicht

unbedingt etwa dem Ausgangsbestand zu entsprechen, was die Deutung sehr erschwert. Es kommt auch vor, daß aus mannigfachen Gründen (spurenhafte Fremdelemente, besonders schnelle Abkühlung, schneller Abschluß durch Reaktionsprodukte) unerwarteterweise einmal sonst ausgestorbene Mineralien doch zur Beobachtung kommen. Sie liefern dann Hinweise, wie und wo man in der Geschichte der Gesteine ähnliches anzunehmen hat. — Da die Kenntnis der Bildungs- und Umbildungsvorgänge jetzt „ausgestorbener Mineralien“ oft Rückschlüsse auf Druck und Temperatur bei der Bildung erlaubt, ist das Studium dieser Erscheinungen prinzipiell von großer Bedeutung.

## NEUE BÜCHER

**Adsorptionsmethoden im chemischen Laboratorium** mit besonderer Berücksichtigung der chromatographischen Adsorptionsanalyse (*Tswett-Analyse*). Von G. Hesse. 152 S., 21 Abb. u. 4 Tafeln. W. de Gruyter & Co., Berlin 1943. Pr. br. RM. 8,—

Wenn heute trotz des Vorliegens einer bestens durchgearbeiteten Monographie der chromatographischen Adsorptionsmethoden (*Zechmeister-Cholnoky*) das Bedürfnis nach einer weiteren Darstellung der gesamten Adsorptionsmethoden für den Laboratoriumschemiker besteht, so rührt das von der Entwicklung her, welche zu immer häufigerer Anwendung dieser leistungsfähigen Hilfsmittel drängt. Vf., der selbst von Anfang an am Ausbau der adsorptiven Labormethoden großen Anteil hat, konnte in den letzten Jahren die Trennung durch Adsorption im Gasstrom zu einem von jedem Chemiker leicht anwendbaren Hilfsmittel ausgestalten und hat im 1. Teil seines Bändchens aus der eigenen Kenntnis der Materie heraus die gasanalytischen Verfahren auf Sorptionsgrundlage instruktiv dargestellt. Im 2. Teil wird in ebenso klarer und erschöpfender Weise die Adsorption aus Lösungen besprochen. Dabei wird mit Recht die strenge Unterscheidung von echter (*Freundlich-Ostwaldscher*) und Ionenaustausch-Adsorption gefordert, die wohl in viel mehr Fällen, als allgemein angenommen wird, an adsorptiven Vorgängen auch aus nichtwäßriger Lösung beteiligt ist. Eine Aufzählung der gebräuchlichsten Adsorptionsmittel, ihre Darstellung, Aktivierung, ihr  $p_H$  und besonders die Bezugsquellen und eine Zusammenstellung der wichtigsten Lösungsmittel mit ihren Eigenschaften gehen der Besprechung der verschiedenen Adsorptionsverfahren voraus. Von diesen hat sich das *Tswettsche* bekanntlich so hervorragend bewährt, daß es mit Recht den Kernpunkt der Ausführungen bildet und in all seinen Anwendungsgebieten, bei der Kürze des Buches z. T. skizzenhaft, durchgenommen wird. Die gute persönliche Bekanntschaft des Vf. mit dem Arbeitsgebiet kommt auch hierbei dem Leser zustatten. Nach der „anorganischen Chromatographie“ lernt man eine durch Anlegen eines elektrischen Feldes an das beladene Adsorptionsmittel verfeinerte Technik kennen, wird schließlich mit den quantitativen adsorptionsanalytischen Methoden bekannt gemacht und sieht, wie sich auch Flüssigkeitsgemische, bei denen die fraktionierte Destillation versagt, durch Filtration durch eine Schicht Kieselsäuregel weitgehend trennen lassen. Zuletzt wird die selektive Adsorption an Schäume, welche in der „Zerschäumungsanalyse“ im Labor Eingang gefunden hat, kurz besprochen. So ist ein Vademecum für den modernen Chemiker entstanden, das inhaltlich und darstellungsmäßig trotz seiner Kürze allen Ansprüchen genügt und bald an allen Labortischen seinen Platz einnehmen möge.

*Theodor Wieland. [BB. 96.]*