

konnte die Substanz nicht weiter aufgetrennt werden. Die Identität der einzelnen erhaltenen Fraktionen wurde durch UR-Spektralanalyse nachgewiesen. Im UV absorbiert das Kondurangin bei $277 \text{ m}\mu$, $\alpha = 12,06$, wobei die Absorption durch den Zimtsäureesteranteil der Moleköl gegeben ist. Ist ein Mol trans-Zimtsäure im Kondurangin gebunden, so berechnet sich sein Molgewicht auf etwa 1660. Bei dem sorgsam chromatographierten Acetat erhält man aus der Acetyl-Bestimmung und der UV-Absorption einen entsprechenden Wert. Das UR-Spektrum des Vinctoxins in CS_2 und KBr ähnelt dem des Kondurangins, im UV hat es jedoch keine Absorption, wodurch bestätigt wird, daß Vinctoxin keine Zimtsäure enthält. Über die Konstitution des Genins und die experimentellen Daten wird an anderer Stelle berichtet werden.

Die Arbeit wurde mit Mitteln der Deutschen Forschungsgemeinschaft durchgeführt, der ich auch an dieser Stelle danken möchte.

Eingeg. am 23. Juli 1954 [Z 119]

Über den Quecksilber-Gehalt von Salzsäuren des Handels

Von Dr. KLAUS BIELFELDT und AXEL GÄNSSLE
Aus der analytischen Abteilung des Anorganisch-Chemischen
Instituts der Universität Mainz

Im Zusammenhang mit der Bestimmung von Spuren Quecksilber wurde ein erheblicher Hg-Gehalt in der verwendeten Salzsäure beobachtet. Da eine Prüfung weiterer reinster Salzsäure-Proben durchweg einen schwankenden, aber teilweise recht hohen Hg-Gehalt ergab, scheint es angebracht, diesen überraschenden Befund allgemein zur Kenntnis zu bringen; denn sowohl bei analytischen als auch in noch höherem Maße bei präparativen Arbeiten aller Art können hierdurch unliebsame Überraschungen auftreten.

Die ermittelten Hg-Gehalte in verschiedenen Säuren des Handels findet man in Tabelle 1.

Es zeigte sich, daß die Hg-Gehalte von Salzsäuren gleicher Reinheitsbezeichnung der gleichen Lieferfirma bei verschiedenen Lieferungen stark schwanken, ferner daß Produkte „pro analysi“ unter Umständen einen höheren Hg-Gehalt aufweisen können als „chemisch reine“ oder gar „technische“ Qualitäten.

Der Befund zwingt dazu, für die Untersuchung auf Hg-Spuren die benötigte Hg-freie Salzsäure selbst herzustellen. Dies ist, wie die folgenden Zahlen zeigen, leicht möglich durch Destillation der Hg-haltigen Säure oder durch Einleiten von Chlorwasserstoff in Wasser.

Destilliert wurden: a) 300 ml HCl (1:1) mit einem Gehalt von $45 \gamma \text{ Hg}$. b) Die gleiche Salzsäure nach Zugabe von 1,5 mg Hg als HgCl_2 .

Hg-Gehalt einiger Salzsäuren des Handels

Bezeichnung	Lieferfirma ¹⁾	Dichte	Hg-Gehalt in $\gamma/100 \text{ ml HCl}$
HCl „chem. rein“ ...	I 1. Lieferung	1,188	120
	I 2. Lieferung	1,188	215 230
	I 3. Lieferung	1,188	30 25
HCl „techn.“	I	1,158	100 105
HCl „techn.“	II	1,156	unter 0,7
HCl „chem. rein“ ...	II	1,186	unter 3
HCl „pro analysi“ ...	II	1,186	unter 2
HCl „pro analysi“ ...	III	1,190	85 90 80

Im Destillat fanden sich:

In den ersten 100 ml a) — b) $0,1 \gamma \text{ Hg}$
In den nächsten 100 ml a) $0,9 \gamma \text{ Hg}$ b) $1,4 \gamma \text{ Hg}$

und in weiteren 60 ml Destillat der Säure b) $1,0 \gamma \text{ Hg}$

Der Rückstand enthielt in beiden Fällen den Rest des Quecksilbers.

In Salzsäure, die durch Einleiten von künstlichem Chlorwasserstoff in Wasser erhalten wurde und eine Dichte von 1,195 aufwies, wurden weniger als $0,8 \gamma \text{ Hg}/100 \text{ ml HCl}$ gefunden.

Eine konzentrierte Hg-freie Säure läßt sich auch durch Einleiten von selbst hergestelltem Chlorwasserstoff in Wasser erhalten. Wurde HCl-Gas aus NH_4Cl und H_2SO_4 entwickelt und in Wasser aufgefangen, so enthielt die entstandene Säure ($D = 1,186$) unter $0,02 \gamma \text{ Hg}/100 \text{ ml}$. Dieses Ergebnis änderte sich auch nicht, als dem Ammoniumchlorid 2 mg Hg/50 g als HgCl_2 zugesetzt waren.

Wurde mit konzentrierter Schwefelsäure aus Hg-haltiger konz. Salzsäure ($1 \text{ mg Hg}/100 \text{ ml}$) Chlorwasserstoff bereitet, so zeigte die entstandene Salzsäure ($D = 1,180$) einen Gehalt unter $0,03 \gamma \text{ Hg}/100 \text{ ml}$.

Zur Bestimmung des Quecksilbers in der Salzsäure wurde nach der Methode von A. Stock^{2), 3)} durch Konzentrationsfällung mit H_2S nach Zusatz von Cu^{+2} das Hg als Sulfid abgetrennt. Der Sulfid-Niederschlag wurde in wenig konz. HCl (Hg-frei) unter Zusatz von KClO_3 gelöst und nach Verdünnen und Zugabe von Ammoniumoxalat das Quecksilber zusammen mit Kupfer elektrolytisch auf einer Kupfer-Spirale niedergeschlagen. Durch Destillation läßt sich das Quecksilber von der Kathode in eine Kapillare treiben und wurde mikrometrisch ausgemessen.

Wir danken Herrn Prof. Dr. W. Geilmann für die Anregung zu diesen Untersuchungen und das unserer Arbeit entgegengebrachte fördernde Interesse.

Eingeg. am 19. Juli 1954 [Z 122]

¹⁾ Um jede wirtschaftliche Beeinflussung zu vermeiden, sind die Firmen nicht namentlich aufgeführt.

²⁾ F. Gerster: Die quantitative Bestimmung kleiner Quecksilbermengen und ihre Anwendung auf verschiedene Probleme, Dissertation Karlsruhe 1931.

³⁾ F. Specht: Quantitative anorganische Analyse in der Technik, Verlag Chemie Weinheim 1953.

Versammlungsberichte

125 jähriges Jubiläum des Chemischen Zentralblattes

Zu einer Feierstunde anlässlich des 125jährigen Bestehens des „Chemischen Zentralblattes“ am 8. April 1954 im Chemischen Institut der Technischen Universität Berlin-Charlottenburg (West) hatte die Akademie der Wissenschaften zu Göttingen und die Gesellschaft Deutscher Chemiker eingeladen.

Prof. Dr. Dr. h. c. W. Klemm, Münster/W., der Vize-Präsident der Gesellschaft Deutscher Chemiker, eröffnete die Veranstaltung. Er wies darauf hin, daß durch das ständige Anwachsen des Umfanges der chemischen Literatur die Notwendigkeit eines Referaten-Organs wie des Zentralblattes immer mehr hervortritt. Das äußert sich vor allem darin, daß der Umfang des Zentralblattes in den letzten Jahren immer mehr verstärkt werden mußte und 1954 mit einem Umfang von 700 Druckhogen, also mit mehr als 11000 Seiten, den bisher größten Umfang erreichen wird. Während noch vor wenigen Jahrzehnten ein kleiner Redaktionsstab ausreichte, ist heute für die Bewältigung der Arbeit außer den etwa 900 Sachreferenten eine große Redaktion erforderlich; das Ganze ist schon fast eine kleine Fabrik.

Weiter betonte Prof. Klemm, daß das Zentralblatt die schwierigen Jahre des Krieges und der Nachkriegszeit überwunden und heute nicht nur in Deutschland, sondern in ganz Europa wieder große Bedeutung gewonnen hat, wovon er sich auf Auslandsreisen durch Gespräche mit den dortigen Kollegen überzeugen konnte. Die Art der Berichterstattung des Zentralblattes wird im Vergleich mit der anderer Referatenorgane besonders geschätzt. Darüber hinaus ist es außerordentlich erfreulich, daß sich in der Arbeit für das Zentralblatt nach Jahren schmerzlicher Trennung Ost

und West wieder zusammengefunden haben, und dokumentieren, daß es trotz aller politischen Grenzen und Spannungen nur eine Wissenschaft gibt.

In Anerkennung der großen Bedeutung, die der literarischen Arbeit als Grundlage jeder wissenschaftlichen Tätigkeit zukommt, hat die Gesellschaft Deutscher Chemiker sich um eine Möglichkeit bemüht, besondere Verdienste um die chemische Literatur und um die Geschichte der Chemie auszeichnen zu können. Diesem Wunsch der Gesellschaft haben die Farbwerke Hoechst entsprochen und bei der GDCh die

„Gmelin-Beilstein-Denkunze“

gestiftet. Als erstem wurde diese Auszeichnung anlässlich der 125jährigen Jubiläums des Chemischen Zentralblattes seinem Herausgeber, Prof. Dr. M. Pflücke, verliehen. Mit dieser Auszeichnung sollen nicht nur die großen Verdienste von Prof. Pflücke um den Fortbestand des Chemischen Zentralblattes in schwierigen Jahren, um die Organisation und den weiteren Ausbau zu dem heutigen bewundernswerten Umfang ausgezeichnet, sondern auch die Gemeinschaftsleistung aller Redaktionsmitarbeiter an diesem großen Werke anerkannt werden¹⁾.

Prof. Dr. M. Pflücke gab in seiner Eigenschaft als Herausgeber des Chemischen Zentralblattes einen Abriss der historischen Entwicklung dieses Referatenorgans²⁾. Die Schäden der Kriegs- und Nachkriegsjahre sollen raschestens ausgeglichen werden. Insgesamt sind 24 Ergänzungsbände geplant, von denen 7 Bände be-

¹⁾ Vgl. Sonderdienst dieser Ztschr. 2, 87 [1954].

²⁾ Vgl. den Beitrag von M. Pflücke „Das Chemische Zentralblatt 125 Jahre alt“ in diesem Heft, Seite 537.