

386. G. Neumann: Ueber die Entwicklung von schwefliger Säure und Sauerstoff mit Hülfe des Kipp'schen Apparates.

[Aus dem anorganischen Laboratorium der Technischen Hochschule zu Aachen.]

(Eingegangen am 23. Mai; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

Bei der quantitativen Analyse wird vielfach wässrige schweflige Säure zur Reduction verwendet, z. B. bei der Bestimmung von Kupfer, Eisen, Arsen, Thallium u. s. w. Der Gebrauch der wässrigen Säure führt in den meisten Fällen zu einem unangenehmen Zeitverlust durch Abdampfen des mit dem Reductionsmittel der Analyse zugefügten Wassers. Diesen Uebelstand habe ich vielfach empfunden und daher meist an Stelle der wässrigen gasförmige, aus Kupfer und concentrirte Schwefelsäure dargestellte schweflige Säure angewendet. Auch versuchte ich, an Stelle dieses durch das häufige Platzen der Entwicklungskolben misslichen Verfahrens die schweflige Säure aus Natriumsulfit oder Natriumhyposulfit zu entwickeln, indem ich Säure aus einem Tropftrichter dazu fliessen liess. Allerdings ist dieses Verfahren viel bequemer als das althergebrachte, schon angedeutete, doch kann man auch hierbei die Gasentwicklung nicht beliebig reguliren. Allen Wünschen in Bezug auf Bequemlichkeit, Billigkeit und Einfachheit kommt ein Verfahren nach, welches ich sowohl bei analytischen als auch bei präparativen Arbeiten erprobt habe. Dieses von mir der Cl. Winkler'schen Methode¹⁾ zur Chlorentwicklung nachgebildete Verfahren besteht in Folgendem.

Die schweflige Säure wird in einem Kipp'schen Apparat entwickelt, welcher mit roher concentrirter Schwefelsäure und einem zu Würfeln verarbeiteten Gemisch von 3 Theilen Calciumsulfit und 1 Theil Gyps gefüllt ist. Nach den von mir angestellten Versuchen wird aus einer Chargirung des Kipp'schen Apparates von etwa 0.5 kg Würfeln ein ungefähr 30 Stunden andauernder constanter Gasstrom erzeugt, welcher jederzeit abgestellt und augenblicklich wieder hervorgerufen werden kann. Vor dem analogen Verfahren zur Entwicklung von Chlor nach Cl. Winkler besitzt dieses den Vorzug, dass sich Gyps niemals auf dem Boden des Kipp'schen Apparates ansammelt; die Würfel bleiben fast unverändert in der mittleren Kugel des Entwicklers. Nur auf einen Umstand möchte ich bei dieser Methode aufmerksam machen; es ist nämlich im Interesse des sparsamen Verbrauches der Entwicklungsubstanz wünschenswerth, von Anfang an nicht mehr Würfel durch Schwefelsäure zu benetzen, als zur Erzeugung des gewünschten Stromes unbedingt nötig ist.

¹⁾ Diese Berichte XX, 184.

Ebenso gut wie Chlor und schweflige Säure lässt sich auch Sauerstoff aus dem Kipp'schen Apparat erhalten. Die Annehmlichkeiten sind ähnlich denen, welche ich schon bei der Entwicklung der schwefligen Säure hervorgehoben habe. Besonders werthvoll ist dieses Verfahren für experimentelle Arbeiten, bei denen die Schwerfälligkeit im Transport und die sonstige unbequeme Handhabung der Gasometer in keiner Weise die Konkurrenz mit dem eleganten und angenehm zu regierenden Kipp'schen Apparat aushalten kann.

Zur Darstellung von Sauerstoff beschickt man den Kipp'schen Apparat mit einem ebenfalls zu Würfeln vereinigten Gemisch von 2 Theilen Baryumsuperoxyd, 1 Theil Braunstein und 1 Theil Gyps. Als Entwicklungsflüssigkeit verwendet man mit Vortheil Salzsäure von 1.12 specifischem Gewicht, welche mit dem gleichen Volumen Wasser verdünnt ist. Da sich neben dem Sauerstoff auch geringe Mengen Chlor entwickeln, ist es nöthig, das entbundene Gas mit Alkali zu waschen, was ja auch bei der bekannten Darstellung aus Kaliumchlorat geschehen muss.

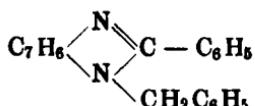
Es ist nicht ratsam bei der Anfertigung der Würfel den Gyps durch Stärke oder ähnliche Bindemittel zu ersetzen.

Herrn Dr. Ostermayer (in Firma H. Trommsdorff, Erfurt) danke ich ganz besonders für die Freundlichkeit und Bereitwilligkeit, mit der er auf die von mir vorgeschlagenen Versuche zur Darstellung oben genannter und ähnlicher Präparate einging.

387. O. Hinsberg: Ueber die Einwirkung einwerthiger Aldehyde der Fettreihe auf *m-p*-Toluylendiamin.

(Eingegangen am 25. Mai.)

Vor einiger Zeit theilte ich der Gesellschaft in einer kleinen Abhandlung mit¹⁾), dass der bei der Einwirkung von Benzaldehyd auf *m-p*-Toluylendiamin entstehende Körper, der nach Ladenburg's Nomenklatur Tolubenzaldehydin heisst, identisch sei mit dem Benzylbenzenyldiamidotoluol (Benzylbenzoylanhydrodiamidotoluol):



¹⁾ Diese Berichte XIX, 2025.