

Bei der Bromirung in Benzol- und Ätherlösung werden direct verbraucht  $2\frac{1}{2}$  Molecüle Brom auf ein Molecül Carbazol. Trotzdem ist der Bromgehalt des entstandenen Körpers noch nicht der eines Monobromids gewesen. Der Mehrverbrauch an Brom erklärt sich aber wahrscheinlich theilweise aus der Wirkung desselben auf den Äther.

Zur Gehaltsbestimmung des Carbazols würde ich am ehesten die Methode der Titration in Eisessiglösung bis zur erstmalig eintretenden, längere Zeit bleibenden Bromreaction empfehlen. Alsdann ist jedoch zu beachten, dass hierbei zwei Molecüle Brom für ein Molecül Carbazol verbraucht werden, trotzdem nur ein Monobromid entsteht.

Darmstadt, Technische Hochschule.

### Rhodankalium als Indicator bei der Reduction von Eisenoxyd- zu Oxydulverbindungen.

Von Dr. A. Ebeling-Hannover.

In Heft 25 dieser Zeitschrift unterwirft J. Volhard meine Mittheilung in Heft 23 unter obigem Titel einer Kritik und kommt zu dem Schlusse, dass sich gegen meinen Vorschlag schwere Bedenken geltend machen. Diese Bedenken, die sich nach Ansicht Volhard's gegen meinen Vorschlag erheben, dass nämlich die Rhodanwasserstoffsäure: 1. durch Permanganat oxydirt und 2. durch nascenten Wasserstoff reducirt wird, kamen auch mir, bevor ich nach meiner Methode gearbeitet und gefunden hatte, dass in der Praxis obige Bedenken sich als nicht so schwer erweisen. Falls man allerdings grössere

Mengen Rhodankalium als vorgeschrieben (ich hätte in meiner Mittheilung, statt einen Zusatz von 1 oder 2 Tropfen anzugeben, besser höchstens 1 oder 2 Tropfen schreiben sollen) in Anwendung bringt, dann muss man zu vollständig unrichtigen Resultaten kommen. Nach meinen Beobachtungen vollzieht sich die Reduction des Rhodans durch Wasserstoff so ausserordentlich langsam, dass selbst bei Zusatz nur eines Tropfens Rhodankaliumlösung sich noch immer am Schluss der Reduction geringe Mengen Rhodan vorfinden, die bei der Titration aber höchstens ein Mehr von 0,4 ccm Permanganat, meistens jedoch nur 0,1 und 0,2 ccm ausmachen. Dieser geringe Mehrverbrauch von Permanganat und selbstverständlich auch der etwas höher gefundene Gehalt an Eisen fällt meiner Ansicht nach bei den sonstigen kleinen Fehlern, welche die titrimetrische Eisenbestimmung mit sich bringt, nicht schwer ins Gewicht, und habe ich auch bei der Controllirung meiner Methode durch die gewichtsanalytische Eisenbestimmung recht befriedigende Resultate bekommen.

Allerdings ruft bei sehr stark verdünnten Lösungen von Eisenoxydsalzen die angegebene Menge Rhodankalium gerade keine tiefrothe Färbung hervor, aber ich habe mich in diesem Falle auch mit der weniger deutlichen Färbung, die immer aber noch durch Unterlegen von weissem Papier zu erkennen war, zufrieden gegeben, und geht die Reduction bei geringen Mengen Eisenoxyd auch ja so schnell, dass nach Verschwinden der schwachen Färbung auch regelmässig die Reaction beendet war.

Bei Eisenbestimmungen, bei denen es nicht gerade auf minutiöse Genauigkeit ankommt, wird man daher bei richtiger Befolgung der Vorschrift nach dieser Methode recht brauchbare Resultate erzielen und für Jemand, der häufig eine grosse Anzahl solcher Bestimmungen zu machen hat, wird dieselbe eine bedeutende Erleichterung der Arbeit sein.

## Patentbericht.

### Klasse 12: Chemische Verfahren und Apparate.

**Elektrolytische Herstellung von Ätzalkali und Chlor aus Chloralkalilösungen.** (No. 121932. Vom 4. April 1900 ab. Henri Albert Cochu in Paris und Edmund Geisenberger in Chêns-Bourg (Schweiz.)

Bei der üblichen Herstellung von Chlor und Alkali mittels Elektrolyse von Alkalichlorid begegnet man zwei Hauptübelständen, nämlich: 1. Anwendung von Diaphragmen, die wenig dauerhaft sind, 2. Trennung des erzeugten Alkalis von der Alkalichlorid enthaltenden Lösung. Vorliegende Erfindung soll diese Übelstände und gleichzeitig die Abnutzung der positiven Elektroden verhindern, da die Hauptursachen dieser Abnutzung von der Bildung von Alkalihypochlorit in der Lösung herrühren. Es wird gemäss vorliegender Erfindung die Elektrolyse derart ausge-

führt, dass sich das gebildete Alkali nicht mit der Lösung und dem erzeugten Chlor vermischen kann, da es aus der Alkalichloridlösung alsbald in fester Form abgeschieden wird.

*Patentansprüche:* 1. Verfahren zur elektrolytischen Herstellung von Ätzalkali und Chlor aus Chloralkalilösungen, dadurch gekennzeichnet, dass man die Elektrolyse unter einer derart starken Abkühlung der Alkalichloridlösung, welche mit einer leichten und indifferenten Substanz, wie Naphta, bedeckt sein kann, ausführt, dass das entstandene Ätzalkali sofort in fester Form abgeschieden wird, und das feste Ätzalkali von der Lösung trennt, zum Zwecke, eine Vermischung des Ätzalkalis mit der Alkalichloridlösung und dem entwickelten Chlor zu verhindern. 2. Apparat (Fig. 1 u. 2) zur Ausführung des Verfahrens nach Anspruch 1, bestehend im Wesentlichen aus einem in einem Kühlraum um zwei hohle Zapfen drehbaren, mit einem Kratzmesser (o) oder dergl. versehenen und als Kathode dienenden Cylinder (a), in welchem