

Analytische Chemie.

Schwefelwasserstoffentwicklungsapparat, von F. W. Küster (*Journ. f. prakt. Chem.* 48, 595—598). Der im Original durch eine Zeichnung erläuterte Apparat bezweckt, bei möglichster Ausnutzung der Reagentien, Schwefelwasserstoff wie gesättigtes Schwefelwasserstoffwasser für Unterrichtsanstalten herzustellen, ohne dass während längerer Zeit eine Unterbrechung zur Neufüllung nöthig wird.

Foerster.

Die Reduction von Eisenoxydlösungen und die Aufschliessung von geglühtem Eisenoxyd, von L. Storch (*Sonderabdr. aus »Ber. der österr. Ges. zur Fördrg. der chem. Ind.«* 1893). Die Reduction von gelöstem Eisenoxyd zu Eisenoxydul zum Zweck der Titration mit Permanganat geschieht nach den Versuchen des Verf. am einfachsten und sichersten durch Erwärmen der schwefelsauren Eisenoxydlösung mit Kupferspähen; bei Anwesenheit von etwa 0.2 g Fe_2O_3 bedarf es etwa 1½stündigen Erhitzens; bei der Titration stört die Anwesenheit von Kupfer in der Lösung die Erkennung des Farbumschlages nicht. Ist die Eisenoxydlösung eine sehr verdünnte, so hat man dafür Sorge zu tragen, dass das Kupfer die ganze Flüssigkeit durchsetzt. (Sollte man nicht auch ohne dies durch gutes Umrühren das Gleiche erreichen? D. Ref.) Zur Aufschliessung von geglühtem Eisenoxyd ist es bequem, etwa 0.4 g Fe_2O_3 mit 20 ccm einer 40procentigen Schwefelsäure ½ Std. gelinde im Glaskölbchen zu kochen.

Foerster.

Eine Modification des Vacuum-Trockenapparates nach Habermann-Zulkowski, von L. Storch (*Sonderabdr. aus »Ber. der österr. Ges. zur Fördrg. der chem. Ind.«* 1893). Der Apparat ist im Wesentlichen nach Art des Liebig'schen Kühlers eingerichtet. Die zu trocknende Substanz wird, gegebenen Falles neben CaCl_2 , im Schiffchen in das innere, zu evacuirende Rohr gebracht, während man durch den Mantel den Dampf einer bei der für die Trocknung gewünschten Temperatur siedenden Flüssigkeit leitet. Der eine Ansatz des Mantelrohres steht mit dem Dampfentwickler in Verbindung, der andere trägt einen Luftkühler.

Foerster.

Anwendung der Lehren der physikalischen Chemie für die Zwecke der analytischen und technischen Chemie, von L. Storch (*Sonderabdr. aus »Ber. der österr. Ges. zur Fördrg. der chem. Ind.«* 1893). Es wird eine Methode angegeben, um auf kryoskopischem Wege die aus *o*-Kresol und Wasser bestehenden Verunreinigungen von krystallisiertem Phenol zu ermitteln. Die moleculare Gefrierpunktserniedrigung, welche *o*-Kresol in Phenol hervorbringt, ergab

sich zu 62.7, diejenige des Wassers in Phenol ist von Eykman zu 67 gefunden worden. Man ermittelt zunächst auf Zehntelgrade genau den Erstarrungspunkt des Phenols, von dem man 120—150 g anwendet, und entwässert dieses alsdann, indem man von 5 zu 5 ccm abdestillirt, bis der Erstarrungspunkt des Rückstandes constant bleibt bezw. einen Maximalwerth erreicht. Aus der jetzt beobachteten Gefrierpunktsdepression ergibt sich der Gehalt des Phenols an o-Kresol, während aus der Differenz des zuerst und des nach der Entwässerung beobachteten Erstarrungspunktes die Menge des im Phenol enthaltenen Wassers recht genau berechnet werden kann.

Foerster.

Apparat zur Untersuchung von Gasen auf ihren Gehalt an Kohlensäure, Sauerstoff und Kohlenoxyd, von G. Pfeiffer (*Chem. Ind.* 16, 462—463). Der im Original durch eine Zeichnung erläuterte Apparat besteht im Wesentlichen aus der zu technischen Analysen von Rauchgasen sehr gebräuchlichen Bunte'schen Bürette, welche zum Zweck bequemerer Handhabung, zumal der Anwendung an der Entnahmestelle des Gases, einige Abänderungen erfahren hat.

Foerster.

Anwendung von Natriumhydroxyd in der Wasseranalyse, von S. Rideal und H. J. Bolt (*Chem. News* 68, 190). Natriumhydroxyd vermag die organische Substanz des Wassers nicht so vollständig zu oxydiren als Permanganat. Die Menge Ammoniak, welche die Behandlung des Wassers mit alkalischem Permanganat frei macht, ist weit grösser, als wenn man Wasserstoffhydroxyd an Stelle des Permanganates anwendet.

Schertel.

Ein neues Verfahren zur raschen Bestimmung des Schwefels in Stahl, Roheisen u. s. w., von H. A. Hooper (*Chem. News* 68, 191). Man löst das Eisen (5 g) in Salzsäure, lässt die Gase mit dem Schwefelwasserstoff in eine Absorptionsröhre treten, welche eine Lösung von Natriumhydroxyd enthält, und titrirt den absorbirten Schwefel mit einer Lösung von Bleinitrat (3.2265 g Pb im Liter, 1 ccm entsprechend 0.0005 g S). Nach jedem Zusatze rührt man lebhaft um, bis die Lösung wieder klar geworden und fährt mit dem Zusatze fort, bis ein neuer Tropfen keine braune Färbung mehr verursacht.

Schertel.

Ueber die beim Titriren mit Alkalisulfiden gebräuchlichen Indicatoren, von P. Williams (*Chem. News.* 68, 236). Alkalische Bleilösung erweist sich empfindlicher als Nitroprussidnatrium.

Schertel.

Ein neues Verfahren zum Nachweise und zur Bestimmung der Oxalsäure, von A. Gunn (*Pharm. Journ. and Trans.* 53, 408 bis 410). Eine Lösung von Ferrophosphat mit überschüssiger Phosphorsäure wird durch geringe Mengen Oxalsäure citronengelb gefärbt.

Die Reaction eignet sich zum Nachweise der Säure auch in Gegenwart von Thonerde und lässt sich colorimetrisch zur Bestimmung der Quantitäten verwerthen.

Schertel.

Das Verhalten des Platins in Eisenlösungen, von R. W. Mahon (*Americ. Chem. Journ.* 15, 578—582). Werden die in Säuren unlöslichen eisenhaltigen Rückstände von Eisenerzen mit Natriumcarbonat im Platintiegel aufgeschlossen, so wird das Platin etwas angegriffen und geht mit dem Eisen in Lösung. Die Menge ist meistens verschwindend klein, doch könnte sie zuweilen die Titrirung mit Zinnchlorür stören.

Schertel.

Ueber die Trennung und volumetrische Bestimmung des Bleies, von Lindemann und Motteu (*Bull. soc. chim.* [3] 9, 812 bis 819). Der Bleiglanz lässt sich durch Chlorkalk vollständig zu Schwefelsäure und Bleihyperoxyd oxydiren. Behandelt man das Hyperoxyd mit Salzsäure und Jodkalium, so wird Jod frei, aus dessen Menge sich der Bleigehalt des Glanzes ergibt. — Bei der Ausführung werden 0.5—1 g des gepulverten Minerals bis zur Lösung so behandelt, wie in einer früheren Mittheilung (*diese Berichte* 25, Ref. 951) beschrieben ist. Ist der Bleiglanz frei von anderen Schwermetallen so versetzt man die erhaltene Lösung in einem Becherglase, ohne von der Gangmasse abzufiltriren, mit soviel Chlorkalklösung, als zur Umwandlung des Bleies in Hyperoxyd erforderlich und erwärmt auf 60 bis 70°. Man lässt dann absetzen und erkalten und wäscht den Niederschlag durch Decantation, indem man Sorge trägt, so wenig davon als möglich auf das Filter zu bringen. Das Waschen wird fortgesetzt, bis das Filtrat chlorfrei abläuft. Nun giebt man zu dem Niederschlage etwa 25 ccm einer 5procentigen Jodkaliumlösung und spült von dem durchbohrten Filter die geringe Menge des darauf befindlichen Hyperoxydes mit der Spritzflasche zur Hauptmasse. Die zur Umsetzung nothwendige Salzsäure (etwa 30 ccm 20procentiger Säure) wird ebenfalls durch das Filter zugegeben. Man bringt die Flüssigkeit auf 150—200°, rührt kurze Zeit um und titirt das ausgeschiedene Jod mit Thiosulfatlösung. — Enthält der Bleiglanz Kupfer und Eisen, deren Chloride ebenfalls Jod ausscheiden, so wird die mittels Chlorkalk erhaltene Lösung des Erzes bis zur völligen Austreibung des Chlors erwärmt, dann mit Wasser verdünnt und mit Schwefelwasserstoff ausgefällt. Ist das Erz frei von Kupfer, so wäscht man den Niederschlag durch Decantation mit derselben Vorsicht wie oben, spült das wenige vom Filter zurückgehaltene Schwefelblei vom durchstossenen Filter mit einer stark angesäuerten Chlorkalklösung in das Becherglas, welches den Niederschlag enthält, löst das auf dem Filter gebildete Bleihyperoxyd mit 20procentiger Salzsäure und wäscht mit warmem Wasser nach. Die Lösung der

Hauptmasse des Bleisulfides und die Umwandlung in Hyperoxyd vollzieht sich, unterstützt durch Erwärmung, sofort. — Enthält der Bleiglanz Kupfer, so wird dem Niederschlage der Schwefelmetalle nach dem Auswaschen durch Decantiren mit ein wenig Cyankaliumlösung das Schwefelkupfer entzogen und dann nach früherer Angabe verfahren. — Die Thiosulfatlösung wird zuerst auf Jod, dann auf Bleihyperoxyd gestellt, welches man aus einer bekannten Menge Bleisulfat mittels Chlorkalk darstellt und durch Jodkalium zersetzt.

Schertel

Die volumetrische Bestimmung des Bleies, von A. P. Laurie (*Chem. News.* 68, 211). Kleine Mengen Bleies, in neutraler, mit Natriumacetat versetzter Lösung werden mit angeblich guten Resultaten mit Bichromat titirt. Als Indicator dient Silbernitrat (Tüpfelprobe).

Schertel.

Bericht über Patente

von

Ulrich Sachse.

Berlin, den 17. Januar 1894.

Wasser. J. Nagel in Chemnitz. Apparat zur Gewinnung von destillirtem und sterilisirtem Wasser. (D. P. 71399 vom 10. März 1893, Kl. 53.) Der Apparat besteht aus einem Koch- bezw. Destillirgefäß mit aufgesetztem Röhrenkühler bezw. Condensator. Das den letzteren durchströmende Kühlwasser gelangt in ein Reservoir und von dort nach Bedarf in die Destillirblase. Der Wasserdampf steigt durch ein centrales Rohr durch den Kühler in die Höhe und, durch ein Sieb vertheilt, durch die Röhren des Kühlers wieder nach unten in einen Sammelraum, von wo das destillirte Wasser abgelassen werden kann. Soll der Apparat nur zum Sterilisiren (Kochen) von Wasser dienen, dann wird das mittlere Dampfzugsrohr geschlossen, so dass das kochende Wasser durch den Dampfdruck durch ein anderes Verbindungsrohr in den oberen Theil des Kühlers gedrückt wird, dessen Rohre es, durch das erwähnte Sieb vertheilt, passirt, wobei es gekühlt wird, so dass es den Sammelraum des Kühlers, wie das destillirte Wasser vorher, sterilisirt und gekühlt verlässt.