

## Gruppe II.

	I	II	III	IV	V
t	17 <sup>o</sup>	17 <sup>o</sup>	17 <sup>o</sup>	17 <sup>o</sup>	17 <sup>o</sup>
B'	749.4	752.2	751.7	753.0	753.1
p <sub>1</sub>	14.5	15.1	14.5	14.6	14.0
p <sub>2</sub>	27.2	28.0	27.9	28.0	28.1
p <sub>3</sub>	52.5	53.3	53.0	53.6	53.0
p	401.0	402.8	402.4	403.3	403.1
p <sub>4</sub>	464.0	458.9	462.5	459.9	461.6
p <sub>5</sub>	586.3	578.9	585.3	582.1	584.5
p <sub>6</sub>	647.4	645.0	647.6	647.9	647.0
Enddruck in II	699.7	699.5	699.6	699.6	701.5
K	490.6	487.8	491.2	489.7	491.6
CO <sub>2</sub>	134.1	131.6	134.7	134.0	134.8
verbr. O	304.5	301.0	305.0	302.2	305.6
Gehalt an CO <sub>2</sub>	2.07	2.16	2.07	2.09	2.00
» » O	0.33	0.27	0.36	0.33	0.27
» » schw.	3.61	3.61	3.59	3.66	3.56
Kohlenwasserst.					
Gehalt an H	52.94	53.16	52.97	53.34	52.91
» » CO	11.03	10.83	11.17	11.57	11.09
» » CH <sub>4</sub>	27.51	27.00	27.54	26.94	27.65
» » N	2.49	2.95	2.29	2.08	2.37
Summe der Proc.	100.00	99.98	99.99	100.01	99.85

## 71. A. Wohl: Bestimmung des Metallgehaltes im Zinkstaub.

(8. Mittheilung über gasometrische Bestimmungen in Gaskolben.)

[Aus dem I. Berl. Universitäts-Laboratorium.]

(Eingegangen am 28. Januar 1904.)

Durch eine eingehende Untersuchung von de Koninck<sup>1)</sup> und Grandry ist neuerdings festgestellt worden, dass von den Methoden zur Bestimmung des Metallgehaltes im Zinkstaub das Verfahren von Fresenius, Messung des durch Salzsäure und Platinchlorid entwickelten Wasserstoffes, die zuverlässigsten Ergebnisse liefert, sofern bei der Ueberleitung des Wasserstoffes in das Messrohr jede Kautschukleitung vermieden wird. Die Autoren fanden mit reinstem Zink (in Spähnen) 99.70 und 99.77 pCt. Metall und ziehen für die Zinkstaubanalyse diesen Werth als Reactionsgrenze in Rechnung; die Beschreibung des benutzten Apparates ist vor kurzem von de Koninck<sup>2)</sup> gegeben worden.

<sup>1)</sup> Bull. de l'assoc. Belge d. chim. 16, 284 [1902].<sup>2)</sup> Bull. de l'assoc. Belge d. chim. 17, 112 [1903].

Wird der Wasserstoff aus Zinkstaub in demselben Gaskolben entwickelt und gemessen, so ist ein Gasverlust aus den von de Koninck und Grandry nachgewiesenen Gründen ausgeschlossen. Dementsprechend erhält man nach dem früher<sup>1)</sup> für die Kohlen säurebestimmung in festen Carbonaten beschriebenen, einfachen, gasvolumetrischen Verfahren durch Druckmessung auch hier recht gut stimmende Werthe. Für möglichst exacte Analysen empfiehlt sich die Anwendung eines Gaskolbens mit eingeschlifftem Hahn<sup>2)</sup> und Wassermantel<sup>3)</sup>; genügt Uebereinstimmung der Werthe innerhalb eines halben Procentes, so kann auch ein einfacher Gaskolben mit Gummistopfen ohne Wassermantel verwendet werden. Das Volumen des Kolbens wird durch Auswiegen mit Wasser von 20<sup>0</sup> festgestellt. Da das geringe Volumen der eingewogenen Substanz nicht berücksichtigt zu werden braucht, so ist eine Correctur dafür und dementsprechend eine Kenntniss des Barometerstandes für diese Bestimmung nicht erforderlich.

Der mit der Substanz beschickte Gaskolben wird auf Lufttemperatur oder bei Kolben mit Wassermantel und, falls die Lufttemperatur nicht zu sehr davon abweicht, auf 20<sup>0</sup> eingestellt und bis zu 700 mm Minderdruck evacuirt; nach Füllung des Hahnansatzes mit Wasser werden dann 5 ccm Salzsäure vom spec. Gewicht 1.1 eingesaugt, denen zuvor ein Tropfen einer Platinchloridlösung von 0.5 pCt. Platin zugegeben war. Die Einwaage an Zinkstaub wird so gewählt, dass 700—p die Hälfte des Procentgehaltes darstellt, sodass also nach Multiplication mit 2 jeder Centimeter Druckdifferenz ein Procent Metall anzeigt. Das Normalgewicht (bei 20<sup>0</sup>) berechnet sich dafür zu 0.1788 g<sup>4)</sup> für einen Kolben von 100 ccm Inhalt, für einen beliebigen Kolben vom Inhalt V also zu 0.1788.V.

Ist alles Zink gelöst, so wird wiederum die Anfangstemperatur eingestellt und der Minderdruck p am Manometer bestimmt, wobei die Flüssigkeitssäule im Hahnansatz bei einer Länge desselben

<sup>1)</sup> Diese Berichte 36, 1420 [1903].

<sup>2)</sup> Wohl und Poppenberg, diese Berichte 36, 676 [1903].

<sup>3)</sup> Diese Berichte 35, 3502 [1902].

<sup>4)</sup> Dem molekularen Gasvolumen 18.3 L für 20<sup>0</sup> und 1000 mm Druck entsprechen 65.39 g Zink. Für einen Kolben von 100 ccm ergibt sich so das Normalgewicht  $0.6539 \cdot \frac{100}{183} = 0.3573$  g. Mit Rücksicht auf die Capacität des Kolbens ist der halbe Werth 0.1787 zu wählen und demnach die gefundenen Centimeter Druck durch Multiplication mit 2 in Procente Zink umzurechnen. Die Löslichkeit des Wasserstoffes von ca. 2 pCt. bedingt bei 6 cm Flüssigkeit einen Fehler von 0.12 ccm = 0.06 pCt.; zum Ausgleich desselben ist die Einwaage auf 0.1788 zu erhöhen.

von 6 cm gerade durch die Tensionsdifferenz für die vorgeschriebene Salzsäure ausgeglichen wird. Der Procentgehalt ist  $(700 - p) \times 2$  falls genau das für den Kolben berechnete Normalgewicht  $a$  abgewogen war; werden statt dessen  $b$  g abgewogen, so ist der Procentgehalt  $(700 - p) \times 2 \times \frac{a}{b}$ . Abweichungen der Temperatur von  $20^\circ$  werden wie immer corrigirt mit  $\frac{1}{30}$  des gefundenen Procentgehaltes pro Grad und entgegengesetztem Vorzeichen von Abweichung und Correctur.

Beleganalysen: angewendet chemisch reines Zink

1. Kolben mit Gummistopfen,  $V = 91.18$ , Normalgew.  $a = 0.1630$  g.

Einwaage b	t	p	700 - p	pCt. Zn
0.1666	20 <sup>0</sup>	191.8	508.2	99.46
0.1542	20	229.1	470.9	99.54
0.1642	20	198.8	501.7	99.60
0.1657	20	193.7	506.3	99.64

2. Kolben mit eingeschliffenen Stopfen,  $V = 57.42$ , Normalgew.  $a = 0.1027$  g

Einwaage b	t	p	700 - p	pCt. Zn
0.1097	20 <sup>0</sup>	165.8	534.2	99.98
0.1064	20	182.8	517.2	99.82

Die vorstehende Untersuchung ist von Hrn. cand. chem Eickmann bearbeitet worden.

## 72. Carl Hell: Ueber eine einfache Bildung von Stilben, Mono-4-methoxystilben und $\alpha$ -Methylstilben.

(Eingegangen am 28. Januar 1904.)

Im weiteren Verlauf der Untersuchungen über das verschiedene Verhalten, das die Dibromide aromatischer Propenverbindungen in Bezug auf ihre Beständigkeit zeigten, wie sich dies aus den früheren Untersuchungen über die Bromverbindungen des Anethols, des Isoafrols und der Methyl- und Aethyl Aether des Isoeugenols, sowie den erst in letzter Zeit untersuchten Bromiden des Phenyl-propens, Di-phenyl-propens, Phenyl-methyl-propens und des Anisyl phenyl-propens ergeben hatte, habe ich meine Beobachtungen auch auf andere aromatische Verbindungen mit ungesättigter Seitenkette ausgedehnt und in dem Stilben und seinen Derivaten ein geeignetes Ausgangsmaterial ge-