Auf besonderen Wunsch können die Kolben Rundkolben- oder Erlenmeyerform haben, am besten geeignet sind Rundkolben mit flachem Boden, und werden diese, wenn nichts anderes bemerkt wird, geliefert.

Die Apparate sind der Firma Ströhlein und Co. Düsseldorf gesetzlich geschützt und können von dieser unter »neues Modell« bezogen werden.

Soll der Schwefelbestimmungsapparat zum Durchleiten von Kohlen- säure eingerichtet sein, so muss dieses ebenfalls bemerkt werden.

Zum Schluss kann ich es nicht unterlassen dem Herrn Chefchemiker Wolff, Dortmund, der mich bei der Konstruktion des Schwefelkolbens mit Rat unterstützte, an dieser Stelle herzlich zu danken.

Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie.

I. Allgemeine analytische Methoden, analytische Operationen, Apparate und Reagenzien.

1. Auftheoretische und physikalische Chemie bezügliche.

Von

R. Fresenius.

Die elektrolytische Fällung von Zink mit rotierenden Elektroden haben T. Slater Price und G. H. B. Judge¹⁾ zum Gegenstand eingehender Untersuchung gemacht. Die quantitative Abscheidung des Zinks gelingt aus einer neutralen oder schwach schwefelsauren Lösung von Zinksulfat ohne weitere Zusätze. Um die Elektroden leicht waschen zu können, nimmt man die Elektrolyse in einem Hahntrichter vor. Die Anordnung der Apparatur ist aus Fig. 6 ersichtlich. Beim Elektrolysieren steigert man die Stromstärke nach und nach; man arbeitet zunächst mit 4 Volt und 0,25 Ampère und verstärkt dann von 5 zu 5 Minuten den Strom, so dass man schliesslich 20 Minuten bei 5 Volt und 2 Ampère elektrolysiert. Durch Kühlung des Elektrolysiergefässes mit fließendem Wasser oder Eis wird die Temperatur immer unter 14° gehalten. (Das Kühlgefäss ist in der Zeichnung durch punktierte Linien angedeutet.) Die Gegenwart von 2 g Natriumsulfat und 1 g Natriumazetat übt einen günstigen

¹⁾ Chem. News 94, 18.

Einfluss aus. Letzteres Salz allein oder in zu grosser Menge macht das Zink schwammig. Das Volumen der zu elektrolysierenden Lösung soll 50—60 cc betragen.

Eine grosse Anzahl von Beleganalysen spricht für die Brauchbarkeit der Methode.

Die von Kollock und Smith¹⁾ angegebene Methode der Elektrolyse mit rotierender Anode und Quecksilber-Kathode haben Price und Judge²⁾ geprüft und gleichfalls als brauchbar erkannt. Sie schlagen jedoch vor, das Quecksilber und nachher das gebildete Amalgam nicht im Elektrolysiergefäss zur Wägung zu bringen sondern in einem gewogenen Tiegel. Ein Überschuss von Schwefelsäure schadet auch hier. Der Apparat ist in Figur 7 abgebildet.

Die rotierende Kathode hat ferner Charles P. Flora³⁾ zur Bestimmung von Kadmium verwendet und ermittelt, welche Umstände eine möglichst vollständige Abscheidung des Metalls bedingen.

Eine einfache Form einer rotierenden Elektrode für Elektroanalysen beschreibt F. Mollwo Perkin⁴⁾. Dieselbe hat gegenüber der von dem Verfasser früher⁵⁾ beschriebenen Form, die auch von Price und Judge bei ihren Untersuchungen über die elektrolytische

¹⁾ The Journal of the American Chemical Society **27**, 1255.

²⁾ Chem. News **94**, 19.

³⁾ Am. J. Sci. **20**, 268; durch The Journal of the American Chemical Society **28**, Review **12**, 11.

⁴⁾ Chem. News **93**, 283.

⁵⁾ Elektrochemist **111**, 26.

Abscheidung von Zink benutzt wurde, den Vorzug, dass sie leicht selbst angefertigt werden kann. Die Kathode, die aus einem Spiraldraht aus Platin, besser aus Platin-Iridium, besteht, wird in einen Metallknopf eingeklemmt, der an einer Achse mit Schnurlauf befestigt wird. Zur Anode benutzt man weite Spiralen, die an dem Elektrolysiergefäß anliegen. Sehr vorteilhaft erscheint die Benutzung eines zylindrischen Hahntrichters als Elektrolysiergefäß, den Price und Judge empfehlen.

In manchen Fällen ist es vorteilhaft, Draht zu verwenden, der mittels Sandgebläses mattiert ist.

Fig. 8.

Statt des teuren Platins lassen sich Drähte aus Nickel als Kathode für die Elektroanalyse von Kupfer, Zink, Nickel und Eisen benutzen. Die Form des Apparats zeigt Fig. 8. Der Verfasser macht schliesslich darauf aufmerksam, dass bei hohen Stromdichten das Platin in vielen Flüssigkeiten, zum Beispiel in Cyankaliumlösung, merkbar löslich ist.

Einen elektrischen Widerstandsofen zur Messung höherer Temperaturen mit dem optischen Pyrometer beschreibt Alexander Lampen¹⁾. Es sei hier auf die Originalabhandlung hingewiesen.

Die Bestimmung des Molekulargewichts von Alkoholen und Phenolen gründet A. Gascard²⁾ — in Abänderung bekannter Methoden — auf ihr Verhalten gegenüber dem Benzoëssäureanhydrid.

Die mit einem Überschuss von Benzoëssäureanhydrid erhitzten Alkohole und Phenole gehen bei richtiger Einhaltung von Zeit und Temperatur in Benzoëssäureester über. Für ein Molekül des entstandenen Esters wird ein Molekül Benzoëssäure frei. Das Gemisch von Anhydrid, Ester und Säure gibt die letztere an wässrige Kalilauge ab, ohne dass der Ester und das Anhydrid irgend wesentlich angegriffen werden.

¹⁾ The Journal of the American Chemical Society **28**, 846.

²⁾ Journ. Pharm. Chim. (6. Série) **24**, 97; durch Chemiker-Zeitung **30**, R. 293.