

Kombination der Winklerschen Schlange mit einem U-Rohr, wird in seinem schlangenförmig gewundenen Teil mit wenigen ccm Phosphorschwefelsäure beschickt, während der obere cylindrische Teil des Rohres (in dem der Kapillare abgewandten Schenkel) eine kleine Menge Phosphorperoxyd, zwischen Glaswolle verteilt, enthält. Die Trocknung der Gase in diesem Rohr ist eine vollkommene, und eine Neufüllung ist nur selten nötig.

An das Trockenrohr schließen sich die eigentlichen Absorptionsapparate, die Natronkalkröhren an. Zum Träger sämtlicher Röhren, der Kapillare, des Trockenrohres und der Natronkalkröhren, dient der nach hinten verlängerte Kolbenhalter. Damit man in der Lage ist, zwei Natronkalkröhren bequem hintereinander anzubringen, läßt sich der Kolbenhalter durch Einschieben eines 17 cm langen Stückes Rundeisen rückwärts verlängern. Bei der Ein- und Ausschaltung der Natronkalkröhren nimmt man diese Verlängerung zweckmäßig zuvor ab, man kann dann die einzelnen Apparate bequem auseinander nehmen.

Bei der früheren Zusammenstellung des Kohlenstoffbestimmungsapparates waren die für die Zu- und Ableitung des Kühlwassers bestimmten Schläuche, besonders beim Eintragen von Substanzen, sehr lästig und hinderlich.

Um das Einknicken derselben zu vermeiden, mußte man entweder ganz dickwandige Schläuche verwenden, oder aber man mußte die Rohrleitungen, welche das Kühlwasser dem Apparate zu- und abführen, in der Höhe des Kolbens an der Wand vorbei leiten und war in letzterem Falle stets an denselben Platz gebunden.

Diese Übelstände sind bei dem neuen Apparate in einfachster Weise durch die Verwendung eines Rohrstativs, welches gleichzeitig die Ab- und Zuflußröhre bildet, gehoben. Das Kühlwasser wird von unten her in das Stativ eingeleitet; es fließt durch ein oben an demselben angebrachtes Röhrchen in den Kühler. Vom Kühler fließt das Wasser in das Stativ zurück und wird unten zum Abfluß abgeführt. Durch diese Neuerung sind die sonst nötigen langen Gummischläuche bedeutend verkürzt worden, und auf jeden Fall hat man kein Einknicken derselben mehr zu befürchten.

Die Zweckmäßigkeit des neuen Stativs, nicht nur für Kohlenstoffapparate, sondern auch für viele andere Zwecke, ist so einleuchtend, daß darüber wohl nichts weiter gesagt zu werden braucht.

Der Corleissche Kolben kann ebenso gut, wie für die Bestimmung des Kohlenstoffs, für Schwefelbestimmungen benutzt werden. Ledebur beschreibt in seinem Leitfaden für Eisenhüttenlaboratorien 5. Aufl. S. 93 einen Schwefelbestimmungsapparat, bei welchem er den Corleisschen Kolben als Zersetzungskolben benutzt. Die Gase passieren dann einen kleinen Verbrennungsofen und gelangen in die mit Kadmiacetatlösung beschickte Vorlage. Diese Zusammenstellung erfordert ebenfalls sehr viel Platz. Viel einfacher ist es, auch für die Schwefelbestimmung, die von Corleis angegebene schiefe Anordnung beizubehalten. Als Glühröhr kann natürlicher-

weise die Platinkapillare nicht verwendet werden, sondern man muß eine ebensolche Winkelkapillare aus Quarzglas nehmen. Die Trockenröhre und die Natronkalkröhren fallen selbstverständlich fort. Die Gase werden durch ein entsprechend gebogenes Glasrohr direkt in die auf dem Fuße des Stativs stehenden Vorlagen geleitet. Letztere sind gewöhnliche Erlenneyerische Kölbchen, die zur Absorption des Schwefelwasserstoffs mit Kadmiacetat beschickt werden.

Die Quarzglaswinkelkapillare kann ebenso gut für Kohlenstoffbestimmungen dienen, es empfiehlt sich jedoch, für jede Art der Analyse eine besondere Kapillare zu verwenden. Bei der Schwefelbestimmung setzt sich nach kurzer Zeit Kohlenstoff in der Kapillare an, welcher bei der späteren Benutzung für Kohlenstoffbestimmungen mit verbrennt und Anlaß zu Analysenfehlern gibt.

Vorstehend beschriebene Apparate sind im Laboratorium eines großen Eisen- und Stahlwerks zu Kolonnenapparaten von je 5 vereinigt worden. Sie sind seit November 1903 unausgesetzt in Betrieb und haben sich bestens bewährt. Eine solche Kolonne von 5 Apparaten nimmt einen Raum von etwa 1,20 m Länge und 0,70 m Breite ein. Alle neuen Teile, sowie die ganze Zusammenstellung des Apparates sind als D. R. G. M. angemeldet und werden von der Firma „C. Gerhardt, Marquarts Lager chemischer Utensilien in Bonn“ auf meine Veranlassung in den Handel gebracht.

## Zum Gebrauche des Natriumsuperoxydes in der Analyse.

Dr. HANS H. PRINGSHEIM.

(Aus dem chemischen Laboratorium der Harvard-Universität.)

(Eingeg. d. 8./8. 1904.)

Gelegentlich eines Artikels über die quantitative Bestimmung von Stickstoff im Mehl mit Natriumsuperoxyd warnt F. von Konek auf Seite 1094 dieser Z. vor dem Gebrauche der von mir für die quantitative Bestimmung von Halogen, Phosphor und Arsen gebrauchten Form<sup>1)</sup> des Stahliegels mit lose aufgelegtem — nicht angeschraubtem — Deckel. Seine Bemerkung könnte den Eindruck hervorrufen, als ob auch die von mir angegebene Operation und nicht nur die Oxydation von Mehl in diesem Tiegel mit Gefahr verbunden wäre. Das ist nicht der Fall. Der Grund ist ein sehr naheliegender. Bei meiner Methode beträgt die Gesamtmenge des verwandten Natriumsuperoxyds meist nicht mehr als 3, im Höchsfalle 5 g, während Konek für die Mehlanalyse 18 g verwandt hat. Naturgemäß wird dadurch die Explosion eine weit heftigere und bedarf des komplizierteren Apparates zur Regelung.

Die von mir verwandte und auch für die Schwefelbestimmung vorgeschlagene einfache Tiegelform hat sich bei vielen Versuchen als gefahrlos bewährt, ja ich habe die von Sundstrom<sup>2)</sup> angegebene und neuerdings von J. D.

<sup>1)</sup> Berl. Berichte 36, 4244.

<sup>2)</sup> J. Am. Chem. Soc. 25, 184.

Pennock und D. A. Morton<sup>3)</sup> verbesserte und mit ausreichendem Analysenmaterial belegte Methode ein Jahr lang im Laboratorium der Solvay Process Co. in Syracuse, Neu-York, V. St. A., täglich zu einer bedeutenden Menge von Schwefelbestimmungen in Kohlen und Koks in der Hand von Laboratoriumsjungen verwenden sehen.

Ich möchte an dieser Stelle auch darauf hinweisen, daß ich diese Methode zur Phosphor- und Arsenbestimmung<sup>4)</sup> schon im Aprilheft des Am. Chem. J. beschrieben habe.

<sup>3)</sup> J. Am. Chem. Soc. 25, 1265.

<sup>4)</sup> Am. Chem. J. 31, 386. — Der ent-

Gleichzeitig berichtete ich dort über Versuche, in denen der Stickstoff verschiedener organischer Verbindungen bei der Oxydation mit Natriumsuperoxyd bis zu 90% als Gas in Freiheit gesetzt und als solches aufgefangen wurde. Wir müssen daher der Oxydation dieser 90% Stickstoff zu Salpetersäure und deren Fixierung als salpetersaures Natrium mit Spannung entgegensehen.

sprechende Aufsatz von Konek ging bei uns am 9./2. 1904 ein, konnte aber wegen Platzmangel erst am 10./6. d. J. zum Abdruck gebracht werden.

Die Redaktion dieser Z.

## Referate.

### I. 5. Elektrochemie.

**Galvanisches Element.** (Nr. 152659. Kl. 21b. Vom 18./2. 1902 ab. Albrecht Heil in Frankfurt a. M.)

**Patentanspruch:** Galvanisches Element mit nahezu konstanter Entladespannung, dadurch gekennzeichnet, daß Quecksilberoxyd und Graphit in inniger Mischung als Depolarisator in einer Hülle eingeschlossen und mit einer Ableitungselektrode aus Eisen, Nickel, Kobalt oder einem ähnlichen indifferenten Metall versehen ist, daß ferner die Lösungselektrode aus Zink oder fein verteiltem Kadmium, und daß endlich die Erregerflüssigkeit aus einer wässrigen Lösung von schwefelsaurem Natrium oder Ätznatron besteht.

Die bisher bekannten Elemente, welche Quecksilber als Depolarisator benutzen, liefern keinen gleich bleibenden kräftigen Strom, weil das Quecksilberoxyd ein schlechter Leiter ist und bei der Reduktion zu flüssigem Metall in sich zusammensinkt, ohne daß es seinen Sauerstoff vollständig abzugeben vermag. Durch die Mischung des Quecksilberoxyds mit Graphit, welcher ein guter Leiter ist, wird das Oxyd in seiner anfänglichen Lage dauernd festgehalten, und eine vollständige Reduktion des Quecksilberoxyds bei kräftiger und konstanter Stromerzeugung wird erzielt.

Wiegand.

**Verschuß für elektrische Primär- wie Sekundärbatterien mit zwei in einem geeigneten Abstand übereinander liegenden Deckeln, welche einen Gasraum abgrenzen.** (Nr. 152756. Kl. 21b. Vom 6./3. 1903 ab. William George Heys in Manchester [Engl.]

**Patentanspruch:** Verschuß für elektrische Primär- und Sekundärbatterien mit zwei in einem geeigneten Abstand übereinander liegenden Deckeln, welche einen Gasraum abgrenzen, in den die Gase durch den unteren, mit kapillaren Öffnungen versehenen Deckel gelangen, dadurch gekennzeichnet, daß die genau übereinander liegenden Füllöffnungen beider Deckel durch einen Schraubenbolzen verschlossen werden, welcher beide Deckel miteinander verbindet und eine knieförmige Bohrung enthält, durch welche die Gaskammer mit der Atmosphäre in Verbindung steht.

Wiegand.

**Verfahren zur Vorbereitung nicht leitender Gegenstände für die galvanische Plattierung durch vorausgehende Verkupferung.** (Nr. 152826. Kl. 48a. Vom 9./21. 1902 ab. Fritz Hundhausen in Wien.)

Die zu plattierenden Gegenstände werden mit einer Harzlösung überzogen, welche vor ihrem gänzlichen Trocknen mit dem feinen Staube einer Zinnbleilegierung, beispielsweise dem sogenannten Silberschliff, eingestaubt wird, worauf man nach dem gänzlichen Trocknen den überschüssigen Staub entfernt. Auf derartig vorbereitete Gegenstände schlägt sich beim Einbringen in ein Kupferbad eine dünne hauchartige Kupferschicht nieder, welche für nachher aufzubringende elektrolytische Niederschläge eine gute Grundlage abgibt.

**Patentanspruch:** Verfahren zur Vorbereitung nicht leitender Gegenstände für die galvanische Plattierung durch vorausgehende Verkupferung, dadurch gekennzeichnet, daß die Gegenstände nach Aufbringen einer staubförmigen Zinnbleilegierung in ein Kupferbad getaucht werden, wodurch sich ohne Anwendung von Strom oder eines Kontaktkörpers eine dünne Kupferschicht bildet.

Wiegand.

**Verfahren und Vorrichtung zur Massengalvanisierung kleiner Gegenstände unter Anwendung eines drehbaren Kathodengestells.** (Nr. 152724. Kl. 48a. Vom 17./6. 1903 ab. Jules Meurant in Lüttich.)

**Aus den Patentansprüchen:** 1. Verfahren zur Massengalvanisierung kleiner Gegenstände unter Anwendung eines drehbaren Kathodengestelles, dadurch gekennzeichnet, daß die Gegenstände auf dem drehbaren Kathodengestell einzeln mit Spielraum derart gelagert werden, daß ihre Achsen immer die Drehungsachse des Kathodengestelles derart schneiden, daß die Gegenstände alle ihre Flächen der Anode darbieten, und infolge der Drehung des Kathodengestelles ihre Stütz- oder Auflagepunkte sich beständig ändern.

Wiegand.

**Verfahren zur elektrischen Erhitzung von Tiegeln, Muffeln u. dgl. mittels kleinstückiger Widerstandsmasse.** (Nr. 153100. Kl. 21h. Vom 12./7. 1903 ab. Siemens u. Halske, A.-G. in Berlin.)

Die vorliegende Erfindung bezweckt, die Wärmeentwicklung in der Widerstandsmasse derart zu