

Der feingepulverte Pyrit wird im Porzellanschiffchen im hinten offenen mit Einschnürung versehenen Einsatzrohr in das in dem einfachen Verbrennungsgestell ruhende, 86 cm lange Verbrennungsrohr⁴⁾ bis an die schon glühende Platinlocke geschoben und nun bei lebhaftem Sauerstoffstrom verbrannt. Die Absorption geschieht durch vier mit Bleisuperoxyd oder calcinierter Soda gefüllte Schiffchen, die mit einem Mikrobrenner oder besser mit dem von uns angegebenen, etwa 20 kleine Flämmchen besitzenden, horizontalen Brenner auf etwa 300° erhitzt werden. Die Absorption ist so vollständig, daß es nicht nötig ist, das aus dem Rohr austretende Gas noch durch eine Absorptionsflüssigkeit treten zu lassen; nur um die Stärke des Gasstroms beobachten zu können, legt man einen beliebigen Apparat mit wenig Wasser oder verdünnter Sodalösung vor.

Nachdem der Schwefel verbrannt ist, ist der Rückstand noch einmal stark durchzuglühen, trotzdem bleibt in ihm stets eine beträchtliche und zwar wechselnde Menge Schwefel von 0,2–4% zurück. Da dieser Rückstand aber leicht in Salzsäure löslich ist, wobei die etwa schwefelhaltige Gangart (Baryt, Blei, auch Kieselsäure) zurückbleibt, so läßt sich der darin noch enthaltene „nutzbare“ Schwefel leicht extrahieren, und nachdem man aus der Lösung, wie bei der Lunge'schen Methode, das Eisen entfernt hat, mit der übrigen Lösung vereinigen.

Diese erhält man wie folgt:

Hat man das Bleisuperoxyd⁵⁾ als Absorptionsmittel verwendet, so schüttet man den Inhalt der Schiffchen in einen Meßzylinder von 200 ccm, erwärmt die leeren Schiffchen mehrere Male in Reagensgläsern mit 5%iger Sodalösung und gibt die Flüssigkeit in den Zylinder.

Man füllt auf 200 ccm auf und schüttelt von Zeit zu Zeit kräftig um. Ein aliquoter Teil, etwa 190 ccm, wird abfiltriert.

Der Rückstand im Verbrennungsschiffchen wird in Salzsäure gelöst, das Eisen mit Ammoniak gefällt, ebenfalls in einen Meßzylinder filtriert, das gleich noch zu erwähnende „Spülwasser“ aus dem Verbrennungsrohr hinzugefügt, umgeschüttelt und das Volumen abgelesen. Von dieser Lösung wird zu der Sodalösung (190 ccm) die proportional entsprechende Menge hinzugegeben, wenn noch nicht sauer, weiter Salzsäure zugefügt und wie gewöhnlich mit Chlorbaryum gefällt usw.

Das Ausspülen des Verbrennungsrohrs ist nötig, weil das jetzt in den Handel kommende (Jenaer) Verbrennungsrohr geringe Mengen Schwefelsäure in Gestalt von Alkalisulfat zurückhält.

4) Siehe M. Dennstedt, Anleitung zur vereinfachten Elementaranalyse, Hamburg 1903, Otto Meißner, und Chem.-Ztg. 1905, 52.

5) Das Bleisuperoxyd ist stets, auch wenn es als schwefelsäurefrei verkauft wird, auf Schwefelsäure zu prüfen. Wir haben jüngst ein von Kahlbäum bezogenes, als Bleisuperoxyd nach Dennstedt bezeichnetes Bleisuperoxyd stark schwefelsäurehaltig gefunden. Eine andere Probe von de Haën-Hannover war zwar schwefelsäurefrei, enthielt aber Chlor, ist also für die Elementaranalyse mit gleichzeitiger Halogenbestimmung erst noch zu reinigen.

Benutzt man zur Absorption calcinierte Soda, was einfacher und daher vorzuziehen ist, weil man beim Erhitzen der Schiffchen nicht so vorsichtig zu sein braucht und ruhig bis 400° und darüber gehen kann, so braucht schließlich der Inhalt nur in Wasser gelöst und diese Lösung mit den anderen beiden vereinigt werden.

Wenn diese Methode auch etwas umständlicher zu sein scheint als die Lunge'sche, in Wirklichkeit ist sie es nicht, höchstens wenn eine große Zahl von Bestimmungen nebeneinander gemacht werden soll, so vermeidet sie doch das unangenehme Verjagen der Salpetersäure und zeichnet sich durch ihre absolute Genauigkeit aus.

Das tritt namentlich den anderen trockenen Verfahren gegenüber hervor, die außerdem wegen dem meist nur langsam vor sich gehenden Auflösen der Schmelzen weit mehr Zeit in Anspruch nehmen und immer nur den Gehalt an Gesamtschwefel, nicht aber an „nutzbarem“ Schwefel ergeben.

Automatische abgekürzte Quecksilberluftpumpe.

Mitteilung aus dem königl. Materialprüfungsamt zu
Groß-Lichterfelde.

Von Dr. LEO UBBELOHDE.

(Eingeg. den 29./7. 1905.)

Quecksilberluftpumpen werden in chemischen Laboratorien in neuerer Zeit immer mehr benutzt, da in sehr vielen Fällen das tiefe Vakuum, welches sie erreichen lassen, äußerst vorteilhaft ist. Nur hinweisen möchte ich auf die große Erniedrigung des Siedepunktes, die stattfindet, wenn man das Vakuum der gewöhnlich verwendeten Wasserstrahlpumpe durch das Vakuum der Quecksilberluftpumpe ersetzt.

Es machte sich indessen der Mangel an einer einfachen, automatisch und genügend schnell wirkenden, besonders auch leicht transportablen, Pumpe bemerkbar.

Diesem Bedürfnis entsprang die Konstruktion der nachfolgend beschriebenen Hubpumpe, die als Modifikation der alten Töppler'schen Pumpe aufzufassen ist.

Die Quecksilberhöhe der neuen Pumpe wurde dadurch auf weniger als die halbe Barometerhöhe abgekürzt, daß auf das untere Niveau des Quecksilbers abwechselnd atmosphärischer Druck und durch eine Wasserstrahlpumpe verminderter¹⁾ Druck wirkt, wodurch einmal das Quecksilber in den Stiefel O hineingedrückt, das andere Mal herausgesaugt wird. Die automatische Umsteuerung wird bewirkt, indem eine kleine Quecksilbermenge in c von U abgezweigt ist und mit einem Gegengewicht abwechselnd durch eine einfache Hebelvorrichtung einen Dreiweghahn in Bewegung setzt.

Handhabung.

Anstellen: Bei a wird eine Wasserstrahlpumpe angeschlossen und in Betrieb gesetzt, nach-

1) Dieses Prinzip wurde öfters angewandt s. Travers, Experimentelle Untersuchung von Gasen, und Stock, Berl. Berichte 38, 2182 (1905).

dem die Wippe W durch den Haken b in der Stellung arretiert ist, welche die Figur zeigt.

Durch die Wasserstrahlpumpe wird darauf die Quecksilberluftpumpe sowie der bei R anzuschließende Rezipient vorevakuiert, und danach durch Lösen des Hakens b die Quecksilberpumpe eingeschaltet, welche nunmehr ohne jede Wartung arbeitet.

A b s t e l l e n: Die Wippe W wird durch den Haken i so arretiert, daß das kleine Glasgefäß c unten steht, danach läßt man Luft durch den Hahn K in die Pumpe ein.

Diese kurze Anweisung genügt für die Handhabung der Pumpe. Zur Erklärung ihrer Wirkungsweise noch folgendes:

Um Zeit zu sparen, wird die Quecksilberpumpe zweckmäßig erst in Bewegung gesetzt, nachdem sie selbst und der bei R anzuschließende Rezipient durch eine Wasserstrahlpumpe vorevakuiert ist.

Zu diesem Zweck wird die Wasserstrahlpumpe bei a angeschlossen, nachdem die Wippe W durch den Haken b in der Stellung arretiert ist, welche Figur zeigt.

Glashahn H, welcher mit W durch einen Hebel in Verbindung steht, ist nunmehr so gestellt, daß die Wasserstrahlpumpe die Luft in U verdünnt. Da auch der übrige Teil der Pumpe durch die Rückschlagschwimmerventile f und d mit der Wasserstrahlpumpe in Verbindung steht, so bleibt das Quecksilber vorläufig in Ruhe.

Nachdem vorevakuiert ist, wird durch Lösen des Hakens b die Pumpe eingeschaltet und arbeitet nunmehr ohne jede Wartung.

Das Gewicht des Quecksilbers in dem kleinen

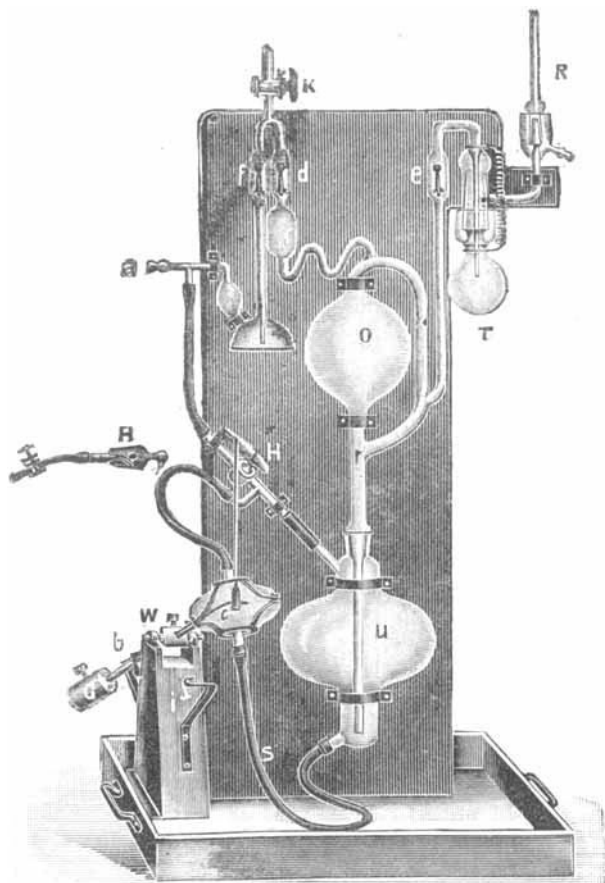
Glasgefäß c bewirkt nämlich Umschlagen der Wippe W, wodurch H so gestellt wird, daß die Wasserstrahlpumpe gegen U abgeschlossen ist, und Luft in U eintritt. Da in O das Vakuum bestehen bleibt, steigt das Quecksilber durch r in O empor und treibt die dort noch befindliche Luft vor sich her, welche durch die schlangenförmige Kapillare und über d und f entweicht und von der Vorpumpe abgesaugt wird. Bei den Ventilen e und d kommt das Quecksilber zum Stehen.

Hierbei ist das Quecksilberniveau in U gesunken, und das in c befindliche Quecksilber durch s nach U geflossen. Dadurch ist die Wippe W auf der Seite von c erleichtert, wird durch das Gegengewicht G zurückbewegt und stellt H so um, daß U gegen die Atmosphäre abgeschlossen, aber durch die Wasserstrahlpumpe evakuiert wird. Infolgedessen beginnt das Quecksilber nach U zurückzufallen und erzeugt in O ein Torricellisches Vakuum. Sobald das Quecksilber in U genügend gestiegen ist, füllt es c an und bringt W zum Umschlagen, wonach die beschriebenen Vorgänge sich wiederholen.

Vorzüge der Pumpe.

1. Sie arbeitet etwa doppelt so schnell wie die automatische Pumpe mit voller Quecksilberhöhe.
2. ist äußerst einfach zu handhaben;
3. ist bequem transportabel;
4. nimmt nur etwa $\frac{1}{10}$ des Raumes ein, welchen die unter 1 genannte Pumpe erfordert, und ist infolge ihrer Einfachheit sehr viel wohlfeiler als diese.

Die Pumpe wird geliefert von C. Richter, Berlin, Johannisstr. 14/15 und ist dieser Firma geschützt.



Referate.

II. 5. Zuckerindustrie.

A. Windhaus und F. Knoop. Überführung von Traubenzucker in Methylimidazol. (Berl. Berichte 38, 1166 [1905].)

Es ist bekannt, daß Traubenzucker unter dem Einflusse verd. Alkalien verschiedene Umwandlungs-

produkte bildet, unter denen namentlich auch Milchsäure auftritt. Verff. stellten Versuche an, ob etwa Ammoniak ähnlich wirke, und dabei eventuell Alanin resp. andere Amidosäuren entstehen könnten, wodurch eine physiologisch wichtige Verknüpfung von Kohlehydraten und Eiweißkörpern gegeben wäre. Eine Lösung von 1 kg Trauben-