

hingewiesen, daß alle derartigen Vorschriften zu umgehen sind, indem man einfach an Stelle einer vertragsmäßigen Tantieme eine vollkommen freie Gratifikation setzt. Auch geht es nach meinem Gefühl zu weit und legt dem Arbeitgeber eine allzu große Last auf, wenn er einen Angestellten, der beispielsweise 5000 M Gehalt und 3000 M Tantieme bezog, nach seinem Austritt 5000 und 1500 = 6500 M jährlich für eine Reihe von Jahren weiter zahlen soll. Man muß doch immer bedenken, daß der Ausgetretene seinem früheren Prinzipal nichts mehr aktiv verdient, sondern ihn nur durch Passivität vor gewissen Verlusten schützt; und daß dem Nachfolger in der Stellung doch auch Tantieme bezahlt werden muß.

Erfolg versprechen meines Erachtens bei dem vorgeschrittenen Stadium, in dem sich die ganze Angelegenheit befindet, nur Vorschläge oder Abänderungen, die mit wenig Federstrichen dem Entwurf der Reichstagskommission einzufügen sind. Ich schlage daher außer dem erwähnten Zusatz zu § 133f nur noch zwei kleine Änderungen am § 133g vor. Die erste zu § 133g Abs. 3 hält fest an dem, was im Jahre 1907 von unserem Verein in Danzig gefordert wurde, daß nämlich, wenn der Gewerbeunternehmer bei der Kündigung oder später erklärt, auf die Karenz des Angestellten zu verzichten, er doch für ein ganzes Jahr nach dieser Erklärung dem Angestellten sein Gehalt weiter zu zahlen hat.

Die zweite verlangt die Streichung des Wortes „nicht“ im § 133g Abs. 4. Er besagt jetzt, sowohl nach dem Regierungsentwurf, wie auch nach den Kommissionsbeschlüssen, daß es dem Arbeitgeber nicht gestattet sein soll, neben der verwirkteten Strafe einen Schadenersatz zu fordern. Das ist ein offenkundiges Unrecht, widerspricht dem B. G. B. § 340 und fordert die Schmutzkonkurrenz geradezu auf, sich gegen Zahlung der auf Bruch der Konkurrenzklause gesetzten Konventionalstrafe Angestellte anderer Firmen zu kaufen. Ja, dieser Abs. 4 würde eine derartige Handlungsweise direkt zu einer gesetzlichen Stempeln und sie vielleicht sogar mit dem Nimbus der „Anständigkeit“ umgeben.

Auch steht die vorgeschlagene Fassung nicht im Einklang mit den Rechtsgrundsätzen, welche das neue Gesetz gegen den unlauteren Wettbewerb vom 7./6. 1909 aufgestellt hat. Im § 18 dieses Gesetzes heißt es ausdrücklich:

„Mit Gefängnis bis zu einem Jahre und mit Geldstrafe bis zu fünftausend Mark oder einer dieser Strafen wird bestraft, wer die ihm im geschäftlichen Verkehr anvertrauten Vorlagen oder Vorschriften technischer Art, insbesondere Zeichnungen, Modelle, Schablonen, Schnitte, Rezepte zu Zwecken des Wettbewerbs unbefugt verwertet oder an andere mitteilt.“

Und § 19 fährt fort:

„Zu widerhandlungen gegen die Vorschriften der §§ 17, 18 verpflichten außerdem zum Ersatz des entstandenen Schadens.“

Mehrere Verpflichtete haften als Gesamtschuldner.“

Nun kann es gar keine Frage sein, daß ein Mitteilen von Fabrikgeheimnissen, Vorschriften, Rezepten usw. unter Bruch der Konkurrenzklause eine unbefugte Handlung ist. Nach dem Gesetz gegen den unlauteren Wettbewerb also müßte der Richter die Ersatzpflicht für den entstandenen Schaden aussprechen. Es könnte höchstens in Frage kommen, ob eine schon gezahlte Konventionalstrafe bei der Schadensfeststellung mit angerechnet werden darf.

Meine Vorschläge lassen sich also dahin zusammenfassen, daß der soziale Ausschuß des Vereins deutscher Chemiker sich im wesentlichen mit den Beschlüssen der Reichstagskommission einverstanden erkläre, und nur in § 133f einen Zusatz, in § 133g Abs. 3 eine Änderung zugunsten der Angestellten, in § 133g Abs. 4 eine Änderung zugunsten der Angestellten befürworte. [A. 163.]

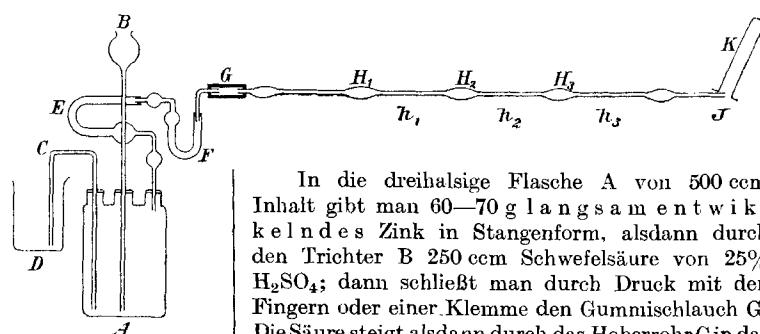
## Qualitativer Nachweis und quantitative Schätzung geringer Mengen Arsen.

Von R. BENSEMANN in Berlin.

(Eingeg. 27.7. 1909.)

Durch eine lange Reihe von Jahren habe ich für die Prüfung technischer Produkte auf Arsengehalt, mit sehr günstigem Erfolge, den in beifolgender Skizze dargestellten Wasserstoffapparat angewendet. Es ist derselbe, welchen schon Julius und Robert Otto empfohlen haben, mit Abänderungen, die ich, obwohl sie unbedeutend erscheinen, dennoch als Verbesserungen bezeichnen möchte.

Ich will die Beschreibung des Apparates und der Handhabung desselben zusammenfassen.



In die dreihalsige Flasche A von 500 ccm Inhalt gibt man 60—70 g langsam entwickelndes Zink in Stangenform, alsdann durch den Trichter B 250 ccm Schwefelsäure von 25%  $H_2SO_4$ ; dann schließt man durch Druck mit den Fingern oder einer Klemme den Gummischlauch G. Die Säure steigt alsdann durch das Heberrohr C in das Becherglas D; erfolgt dies allzu langsam, so gibt man in D oder in B einen Tropfen Platinchlorid und läßt durch Öffnen von G die Säure wieder nach A zurückfließen. Man schließt nun von neuem G so lange, bis fast alle Säure nach D hinübergestiegen, C aber noch ganz mit Säure gefüllt ist. Dann öffnet man G und hält zugleich über die offene Spitze I ein Reagensglas K so lange, bis die Säure wieder

nach A zurückgeflossen ist. Dieses Hin- und Herführen der Säure zwischen D und A wiederholt man so oft, bis das in K aufgefangene Gas bei Annäherung an eine Flamme nicht mehr verpufft, sondern ruhig abbrennt, was nach drei bis viermaligem Hin- und Herführen der Säure der Fall sein wird. Der Apparat ist dann luftfrei und die Gefahr einer Explosion desselben ausgeschlossen.

Wenn nach vollendeter Entlüftung des Apparats die ganze Säure wieder nach A zurückgeflossen ist, läßt man G offen und erhitzt durch einfache Bunsenbrenner größeren Kalibers mit aufgesetztem Schornstein die drei Bäuche H des aus schwer schmelzbarem Glase gefertigten Reduktionsrohres. Das aus A entweichende Gas nimmt seinen Weg durch das mit trockener, fettfreier Watte gefüllte Rohr E und das ein paar kleine Stangen Ätnatron enthaltende Rohr F und tritt durch G in das bei H glühende Reduktionsrohr ein; enthält es Arsen, so lagert sich dasselbe in den kalt bleibenden Verjüngungen h als Spiegel ab. Der Apparat muß dann auseinandergenommen, gesäubert und aufs neue mit anderem Zink und Schwefelsäure beschickt werden. Erst wenn, nachdem das Gas mindestens 20, besser noch 30 Minuten lang durch das bei H glühende Reduktionsrohr hindurchgegangen ist, keine Spur eines Spiegels bei h auftritt, kann man sicher sein, daß der Apparat, das Zink und die Schwefelsäure arsenfrei sind.

Man schließt jetzt G und läßt 200 ccm Säure nach D überreten, die man wegwirft und durch 200 ccm frische Säure ersetzt, welche man entweder durch B oder von D aus nach A einführt. Das Reduktionsrohr muß währenddessen bei H in voller Glut verbleiben. Nachdem man sich noch besonders überzeugt hat, daß letzteres der Fall ist, führt man die auf Arsengehalt zu prüfende Flüssigkeit allmählich und in kleineren Portionen ebenfalls entweder durch B oder von D aus nach A ein und läßt den Apparat in Tätigkeit so lange, bis die Säure in A verbraucht ist, und keine Gasentwicklung mehr stattfindet, was 30 Minuten lang und darüber hinaus dauert.

Das Becherglas D verbleibt während des ganzen Vorganges an seinem Platze. Wird die Gasentwicklung in A einmal zu heftig, so kann man durch teilweises Schließen von G einen Teil der Säure nach D hinüberführen und dadurch eine Mäßigung der Gasentwicklung bewirken. Wird die letztere allzu heftig, und wird schon bei vollständig geöffnetem G die Säure teilweise oder ganz nach D hinübergeführt, so ist für quantitative Schätzung die Sache meist verloren.

Die quantitative Schätzung des erhaltenen Spiegels erfolgt durch Vergleichung mit Spiegeln, die man aus bestimmten Mengen Arsenigsäure dargestellt hat. Zu dieser Schätzung eignen sich aber nur Spiegel, die höchstens 0,2 mg Arsenigsäure-anhydrid entsprechen; darüber hinaus werden die Spiegel zu dicht und zu massig.

Es empfiehlt sich daher, die auf Arsengehalt zu prüfende Flüssigkeit nicht nur allmählich und in kleineren Portionen nach A einzuführen, sondern auch damit ganz aufzuhören, sobald die Ablagerung eines Spiegels sichtbar zu werden beginnt, weil sonst leicht solche allzu dichten und massigen Spiegel entstehen können.

Die Gestaltung der Spiegel fällt oft sehr verschieden aus, denn sie ist von Umständen abhängig, die sich nicht immer voraussehen, beherrschen oder gar abwenden lassen. Dahin gehört schon die Beschaffenheit des Reduktionsrohres; diese ist von großem Einfluß auf die Gestalt des Spiegels. Von sehr großem Einfluß ist der Gang der Entwicklung in A und die davon abhängige Geschwindigkeit, mit der das Gas das Reduktionsrohr passiert. Diese sind oft völlig unberechenbar und unregulierbar; denn sie hängen nicht allein von der Beschaffenheit des Zinks, sondern auch von derjenigen des Untersuchungsobjektes ab. Enthält letzteres z. B. Kupfer, so wird eine heftige Entwicklung in A die Folge davon sein.

Gelegentlich ist dem Apparat der Vorwurf gemacht worden, daß er zu leicht explodiere. Mir ist er in langjähriger Praxis nicht ein einziges Mal explodiert. Auch ist die Anwendung von Ätnatron als Trocknungsmittel in F als falsch bezeichnet worden, weil dasselbe Arsensäuerstoff absorbieren sollte. Ich habe niemals Anzeichen dafür gehabt, daß diese Absorption stattfinden könnte; wer die selbe aber befürchtet, der möge statt dessen ein anderes Trocknungsmittel anwenden, etwa Chlorcalcium, das dann aber sorgfältig auf Arsengehalt zu prüfen wäre.

Die Zusammenstellung des Apparats bietet keinerlei Schwierigkeit. Die Reduktionsrohre habe ich mir zuerst selbst aus gewöhnlichem Verbrennungsrohr angefertigt, später habe ich sie von der Firma Max Stuhl, Berlin N 24, Friedrichstr. 130, in durchaus zufriedenstellender Weise erhalten. Diese Firma liefert nicht allein die Reduktionsrohre, auf deren Beschaffenheit sehr viel ankommt, sondern auch vollständig zusammengestellte Apparate in gediegenster Ausführung.

Die hier vorliegende Form des Reduktionsrohres ist im wesentlichen das, was ich am Eingange als Verbesserung im Sinne gehabt habe. Dadurch, daß dasselbe an den drei hintereinander liegenden Bäuchen  $H_1$ ,  $H_2$ ,  $H_3$  glühend gehalten wird, und hinter jedem der letzteren sich die kalt bleibende Verjüngung  $h_1$ ,  $h_2$ ,  $h_3$  befindet, ist große Sicherheit dafür geboten, daß das Arsen sich vollständig abscheidet. Für die quantitative Schätzung ist das ohne Zweifel von sehr großer Bedeutung. Bei Arsens Mengen, die eine quantitative Schätzung überhaupt noch zulassen, höchstens 0,2 mg Arsenigsäure-anhydrid entsprechend, wird sich bei  $h_1$  der stärkste Spiegel, bei  $h_2$  ein wesentlich schwächerer, bei  $h_3$  nur noch ein sehr schwächer oder, bei ganz fehlerfreiem Verlauf der Operation, gar keiner mehr ablagern. In vielen, vielleicht den meisten Fällen würde das Glühendhalten von nur zwei Bäuchen vollkommen ausreichend sein. Völlig unzureichend aber erscheint es, wenn das Rohr nur an einem Bauch glühend gehalten wird, weil damit jede Sicherheit für vollständige Abscheidung des Arsens und jede Kontrolle für richtigen Verlauf der Operation fortfällt. Wesentlichstes Erfordernis für letzteren ist, wie schon angedeutet, eine ruhige, langsame, möglichst gleichmäßige Gasentwicklung in A; bestimmte Regeln für diese selbst, sowie für die Mittel, sie zu erzielen, lassen sich nicht gut geben.

Zur Vorbereitung von organischen Substanzen, besonders Farbstoffen, für die gegenwärtig vielfach geforderte Prüfung auf Arsengehalt, habe ich mit durchaus günstigem Erfolge das folgende Verfahren angewendet:

In einer Reibschale mischt man 1 g der zu untersuchenden Substanz und 5—6 g einer vorläufig gehaltenen und sehr sorgfältig auf Reinheit geprüften Mischung aus 1 Teil Kaliumnitrat und 2 Teilen wasserfreiem Natriumcarbonat gut durcheinander. Das Gemisch trägt man in eine Platschale, die auf einem mehrflammigen Bunsenbrenner in heller Glut gehalten wird, in kleinen Portionen langsam ein, so daß die Platschale dabei immer in heller Glut verbleibt. Die Schmelze löst man in möglichst wenig heißem Wasser; die Lösung spült man in eine geräumige Porzellanschale, setzt 50—60 ccm Schwefelsäure von 25%  $H_2SO_4$  hinzu und dampft auf breiter freier Flamme mit aufgelegtem einfachen Drahtnetz so lange ein, bis dicker Qualm von Schwefelsäure entweicht und das Entweichen dieses Qualms beinahe wieder ganz aufgehört hat. Man kann dann sicher sein, daß der Inhalt der Porzellanschale keine Spur von Salpetersäure mehr enthält. Man löst denselben in möglichst wenig heißem Wasser, spült die Lösung in einen Maßkolben und verdünnt sie auf 100 ccm. Will man sie der Sicherheit halber auf Salpetersäure prüfen, so geschieht das am besten durch die bekannte Indigoprobe.

Unter Beobachtung der voranstehend gegebenen Anweisungen führt man nun die Lösung allmählich in kleineren Portionen in den Apparat nach A ein und hört damit auf, sobald bei  $h_1$  die Ablagerung eines Spiegels sichtbar zu werden beginnt. Alles weitere ergibt sich aus dem Voranstehenden von selbst.

Noch möchte ich aufmerksam darauf machen, daß man bei dieser Vorbereitung sorgfältig alles vermeiden muß, wodurch zufällig von außen her auch nur Spuren von Arsen in die zur Prüfung gelangende Lösung hineingeraten könnten. Man vermeide jede Operation, die nicht unbedingt notwendig ist. Filtration unterlasse man vor allem ganz.

Zweckmäßig ist es, die für die Vergleichung bestimmten Spiegel so einzurichten, daß sie

0,2; 0,1; 0,005; 0,002; 0,001 mg  $As_2O_3$  entsprechen, und den Arsengehalt der Substanz auf Hunderttausendstel Arsenigsäureanhydrid zu berechnen: Man multipliziert die Milligramme des Spiegels mit 100 und dividiert durch die Gramme der Substanz.

Z. B. man hat einen Spiegel, nach Schätzung 0,1 mg  $As_2O_3$  entsprechend, erhalten und dazu

60 ccm von den bei der Vorbereitung erhaltenen 100 ccm Lösung, also 0,6 g Substanz, in den Apparat gegeben, dann ist

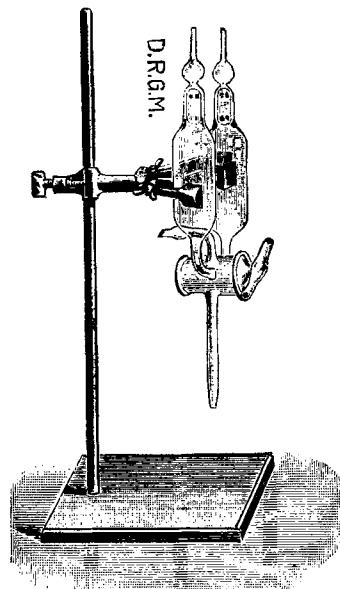
$$\frac{0,1 \cdot 100}{0,6} = 16,67 \%_{0000} As_2O_3$$

der Arsengehalt der Substanz.

### Neue Doppelmeßpipette nach W. Nagels.

(Eingeg. 19.7. 1909.)

Nachstehend abgebildete Doppelmeßpipette stellt einen Meßapparat für das Laboratorium dar, hauptsächlich aber für solche Arbeitsräume, in welchen Massenanalysen ausgeführt werden. Der Apparat besteht aus einem Vierweghahn, dessen Gehäuse viermal durchbrochen ist. Der obere Durchbruch dient den Meßgefäß als Zufuhr, der untere als Abfluß, während an den beiden seitlichen die Meßgefäß angeschmolzen sind. In den oberen



Verengungen der Meßpipetten sind Glasschwimmer angebracht, welche nach der Füllung ein Übersteigen der Flüssigkeit verhindern.

Der Apparat bedingt ein durchaus sauberes und genaues Arbeiten. Den Vertrieb dieses, durch D. R. G. M. Nr. 383 972 geschützten Apparates hat die Firma Ströhlein & Co., Düsseldorf, übernommen. Diese wird den Apparat in jeder gewünschten Größe anfertigen.

[Art. 138.]

## Referate.

### I. 3. Pharmazeutische Chemie.

**Verfahren zur Herstellung von Kohlensäurebädern, bei denen Chemikalien in festem Zustande verwendet werden.** (Nr. 212 184. Kl. 30h. Vom

27.11. 1908 ab. Chem. techn. Laboratorium von Ida Quaglio, Inh. Leon Posnansky in Berlin.)

**Patentanspruch:** Verfahren zur Herstellung von Kohlensäurebädern, bei denen Chemikalien in festem