

tischem Wege erhaltene Wert ist richtig, da bei ihm nur das Amalgam vorhandene Natrium ermittelt wird, während die titrimetrische Untersuchung des nach der Zersetzung mit Wasser resultierenden Gesamtalkaligehaltes auch das durch Wasser- und Kohlendioxydanziehung entstandenen Natriumhydroxyd und -carbonat mitbestimmt.

Die Zink- und Zinkstaubanalyse wurde nach mehrmaliger Füllung des Zersetzungskolbens mit Kohlendioxyd, wie in der vorhergehenden Mitteilung

beschrieben, ausgeführt. Nach de Koninck (Bll. de l'Assoc. Belge des Chim. 17, 112; Chem. Zentralbl. 1903, II, 521) beschleunigt man durch Zusatz von Platinchlorid die Zersetzung mit Salzsäure wesentlich, welche auf solche Weise in wenigen Minuten beendet ist.

Ersatz des Platinchlorids durch Kupferchlorid ergibt, wie aus Versuch 11 der Tabelle C II hervorgeht, zu niedrige, daher unbrauchbare Zahlen.

Tabelle. Calciumcarbid-, Natriumamalgam- und Zinkstaubanalysen.

A. Calciumcarbidanalyse (Volumen des Zersetzungskolbens $v = 281,0$ ccm).

Versuch Nr.	CaC ₂ in g	c = Vakuum in mm Hg	Barom.-stand b mm	Barom.-stand — H ₂ O-Tension	t °	Korrektur für den Luftrest ccm	v _b ^t von C ₂ H ₂ u. Luftrest ccm	v _b ^t von C ₂ H ₂ — Luftrest ccm	v ₇₆₀ ⁰ von C ₂ H ₂ ccm	C ₂ H ₂ (0° und 760 mm auf 1 g CaC ₂)
1	0,3493	12	715	701	17	4,72	103,92	99,20	86,11	246,5
2	0,3193	11,5	715	700	18	4,52	95,95	91,43	79,00	247,4

B. Natriumamalgamanalyse (Volumen des Zersetzungskolbens $v = 281,0$ ccm).

Versuch Nr.	Natriumamalgam g	c = Vakuum in mm Hg	Barom.-stand b mm	Barom.-stand — H ₂ O-Tens.	t °	Korrektur für den Luftrest ccm	v _b ^t von H ₂ u. Luftrest ccm	v _b ^t von H ₂ — Luftrest ccm	v ₇₆₀ ⁰ von H ₂ ccm	H ₂ pro 1 g Natriumamalgam ccm	Gefunden Proz. Na
3	2,4430	11	717	703	17	4,31	135,45	131,14	114,22	46,76	9,60
4	2,4743	11	717	702	17,5	4,31	138,75	134,44	116,70	47,16	9,68

Auf titrimetrischem Wege wurden folgende Resultate erhalten:

- 5 2,4366 g verbrauchen 53,93 ccm $\frac{1}{5}$ -n. Salzsäure entsprechend 10,18% Na
6 2,4984 g „ 56,01 „ „ „ 10,31% Na

C. Zink- und Zinkstaubanalysen.

I. Reines Zink.

Versuch Nr.	Zink in g	Barom.-stand b mm	Barom.-stand — H ₂ O-Tension	t °	v _b ^t von H ₂	v ₇₆₀ ⁰ von H ₂	Prozente Zn gefunden	Bemerkungen
7	0,3635	720,5	706,5	20	143,02	123,88	99,50	1 Tropfen Platinchlorid zugefügt
8	0,2837	725	712	19,5	110,50	96,62	99,44	„

II. Technischer Zinkstaub.

9	0,3725	726	715	17	122,55	108,53	85,06	
10	0,3371	726	715	17	110,70	98,04	84,91	„
11	0,3525	725	714	16	107,15	95,10	78,77	2 Tropfen Kupferchlorid zugefügt

Zürich, Dezember 1909.

Technisch-chemisches Laboratorium des eidgen. Polytechnikums, Zürich.

Notiz über die Kohlenstoff-, Wasserstoff- und Stickstoffbestimmung in rasch abbrennenden Flüssigkeiten.

Von E. BERL.

(Eingeg. d. 2/12 1909.)

Die Verbrennung und Stickstoffbestimmung von flüssigen Substanzen, besonders wenn diese einigermaßen explosiven Charakter haben, machen

bei der gewöhnlich durchgeführten Manipulation im Schiffchen oder Kugelchen einige Schwierigkeiten. Folgendes einfache Verfahren, das eine gefahrlose Verbrennung ermöglicht, sowie die Abscheidung von schwer verbrennbarem graphitischen Kohlenstoff vermeidet, hat sich mehrfach bewährt.

Man fertigt sich aus ausgeglühtem feinmaschigen Kupferdrahtnetz durch Umlegen um einen dicken Glasstab kleine, ca. 2 cm lange Becher, welche an der einen Seite durch Zusammendrücken

des ein wenig eingeschnittenen Netzes geschlossen werden. Der Durchmesser ist so zu bemessen, daß der Becher bei vertikaler Stellung des Verbrennungsrohres leicht in dieses hinabgleiten kann. Man füllt die Becher mit einer Lage grobem, hierauf feinem Kupferoxyd und glüht nun im schiefgesetzten Kupfertiegel aus. Nach dem Erkalten im Exsiccator werden die Becher auf Kupferbügel aufgestellt und nun aus einer Kugelhahn-pipette, die mit der zu analysierenden Flüssigkeit beschickt ist, in jeden Becher ein oder zwei Tropfen abtropfen gelassen. Durch Zurückwagen der Pipette erfährt man das angewendete Substanzgewicht. Unterdessen hat man das ausgeglühte Rohr vertikal in eine Klammer gespannt. Man läßt nun die Becher hinabgleiten, wobei man zwischen je zwei Becher etwas grobes, ausgeglühtes Kupferoxyd schaltet. Die zu verbrennende Flüssigkeit ist auf diese Weise auf einen großen Raum verteilt, zudem in inniger Berührung mit Kupferoxyd, so daß auch bei sonst rasch abbrennenden Flüssigkeiten ein normaler Verlauf der vollständig vor sich gehenden Verbrennung, also ohne Abscheidung von graphitischem, schwer verbrennlichem Kohlenstoff, ermöglicht ist. Dieses einfache Verfahren hat sich besonders bei der Untersuchung von sog. „flüssigen Trinitrotoluol“ des Handels ausgezeichnet bewährt.

Zürich, Dezember 1909.

Technisch-chemisches Laboratorium des eidgen. Polytechnikums.

Apparate zur Schwefelbestimmung in Eisen und Stahl.

Von GEORG PREUSS in Gelsenkirchen-Schalke.

(Eingeg. d. 29/10. 1909.)

Die von mir in dieser Z. 22, 2044 [1909] beschriebenen und mit der größten Genauigkeit arbeitenden Schwefelbestimmungsapparate D. R. G. M. Nr. 384 317 sind nach sorgfältiger Prüfung von mir vereinfacht worden, wie auch nachfolgende Abbildung zeigt.

Durch die Vereinfachung des Kolbens fällt der große Kippische Apparat ganz fort, wodurch eine große Ersparnis an Salzsäure, Marmor und Gummischlauch eintritt. Da beim Kühler kein Wasserzum- und Abflußrohr benötigt wird, so fallen bei Anwendung von 8 Apparaten ca. 12 m Gummischlauch fort.

Es ist nicht erforderlich, daß das Kühlwasser während der ganzen Dauer fließt, sondern genügende Versuche haben ergeben, daß durch eine Füllung des Kühlers mit kaltem Wasser die Gase unter vollständiger Kondensation der Salzsäuredämpfe bis zur Vollendung der ganzen Operation vollständig absorbiert wurden.

Durch das oben im Röhrchen, im Innern des Absorptionsgefäßes angebrachte Rückschlagventil wird jedes Zurücksteigen der Flüssigkeit verhindert und bedarf der Apparat daher auch ohne Kohlensäuredruck nicht der fortwährenden Beaufsichtigung. Die Anwendung des Apparates ist folgende:

Der auf dem Stativ eingeklemmte Kolben wird mit dem erforderlichen Quantum Salzsäure

1,12 spez. Gewicht versehen, und das im Kühler angebrachte Absorptionsgefäß mit der Cadmiumlösung gefüllt. Man kippt nun mit der rechten Hand aus einem Schiffchen das abgewogene Probegut in den mit Salzsäure versehenen Kolben, während man sofort das in der linken Hand haltende Absorptionsgefäß und Kühler auf den Kolben setzt, verschließt und mit Wasser zur Sicherheit abdichtet. Dieses geschieht so schnell, daß ein Entweichen von Schwefelwasserstoff kaum möglich ist. Der Kühler hat oben und unten am eingeschliffenen Teil eine kleine runde Öffnung; im eingeschliffenen Teil des Kolbenhalses befindet sich eine kleine Nute. Mittels einer Spritze füllt man durch die obere Öffnung des Kühlers kaltes Wasser, worin man auf 1 l ca. 50 g Natriumbicarbonat gelöst hat. Der Kolben wird sodann mit einer schwachen Flamme bis zur vollständigen Lösung des Materials erhitzt. Nach vollendeter Lösung dreht man den Kühler auf die im Kolbenhals befindliche Nute, worauf sich die Bicarbonatlösung im Kolben entleert und die Kohlensäure noch die letzten Reste von Schwefelwasserstoff zum Absorptionsgefäß überführt. Hierauf kann die Überführung des Schwefelcadmiums in ein Becherglas ungehindert stattfinden.

Soll die Lösung des Materials mit konz. Salzsäure spez. Gew. 1,19 ausgeführt werden, so ist der Apparat Nr. II mit der unterhalb des Kühlers angebrachten Wasservorlage erforderlich. (Beschreibung s. diese Z. 22, 2044 [1909].)

Wie untenstehende Aufstellung beweist, sind die Resultate unter II, welche mit Anwendung des neuen Apparates gefunden wurden, gegenüber den alten bestehenden Werten unter I zufriedenstellend.

Proben-	Flüssig-	Hartstahl	Thomas-	Bessemer-	Schrott
gut	gut	eisen	eisen	eisen	eisen
I	0,041	0,056	0,069	0,048	0,124
II	0,039	0,053	0,070	0,044	0,123
	0,040	0,055	0,069	0,047	0,126

Die Apparate kommen ohne jede Gummiverbindung in Anwendung und nehmen nur wenig Raum ein. Die Arbeitsweise ist eine wesentlich billigere.

Vorstehend beschriebener Apparat ist ebenfalls ges. geschützt und wird auch von der Firma Ströhlein & Co. in Düsseldorf hergestellt. (A. 206.)

Absaugtrichter für chemisch-analytische Zwecke (D. R. G. M.).

Von W. MEYSAHN, Helmsdorf.

(Eingeg. 3.12. 1909.)

Um die teuren und infolge ihrer geringen Größe leicht verlierbaren Platinkonusse zu erübrigen, welch letztere bekanntlich in der Analyse beim Ab-

