

## Zur Schwefelbestimmung nach Zehetmayr.

(Eingeg. 25./7. 1910.)

In Heft 29, S. 1359 dieser Z. vom 22./7. 1910 veröffentlicht A. Zehetmayr unter der Bezeichnung: „Eine neue Methode zur Bestimmung von Schwefel in Kiesen, Abbränden und Sulfaten“, ein analytisches Verfahren, das darauf beruht, den Schwefel der genannten Materialien durch Zusammenschmelzen dieser mit Ferrum reductum in eine Form überzuführen, woraus er durch Salzsäure quantitativ als Schwefelwasserstoff entbunden und als solcher maßanalytisch bestimmt werden kann. Hierzu sei die Bemerkung gestattet, daß bereits M. Gröger im Jahre 1881 nachgewiesen hat, daß Pyrit durch Erhitzen mit Eisenpulver quantitativ in Eisensulfür übergeht, das durch Behandlung mit Salzsäure allen Schwefel als Schwefelwasserstoff abgibt. Im Jahre 1891 kam F. P. Treadwell unabhängig von Gröger auf dieselbe Idee und arbeitete eine Methode aus, welche nicht nur gestattet, den Schwefel des Pyrits, sondern den aller anderen unlöslichen Sulfide leicht und schnell zu bestimmen. Ebenso stellte F. P. Treadwell fest, daß die Sulfate der Schwermetalle durch Erhitzen mit Eisenpulver leicht zu Sulfiden reduziert werden. — Die auf Treadwells Beobachtungen aufgebaute Methode der Schwefelbestimmung ist auf S. 274 der vierten Auflage seines bekannten Lehrbuchs der analytischen Chemie näher beschrieben. Durch zahlreiche in unserem Laboratorium ausgeführte Kontrollanalysen hat sich die Treadwellsche Methode als vortrefflich brauchbar erwiesen. Herrn Zehetmayr scheint die Existenz dieser Methode entgangen zu sein.

Beuthen, O.-Schl., den 23. Juli 1910.

Laboratorium der Firma Rawack & Grünfeld.

J. Nickel.

## Neue Destillationsvorlage. D. R. G. M.

Von Dr. WOLFGANG LENHARD, Freiburg i. Br.

(Eingeg. 30./6. 1910.)

Der in Abbildung 1 dargestellte Apparat, aus zwei ineinander eingeschmolzenen und konzentrisch angeordneten Glaskugeln mit einem von der inner-

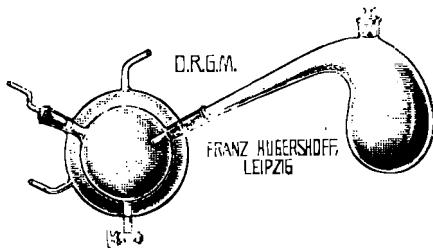


Abb. 1.

sten Kugel nach außen mündenden Hahnrohr und zwei Tubussen bestehend, zeichnet sich vor allen bislang gebräuchlichen Destillationsvorlagen besonders dadurch aus, daß sie 1. eine allseitig gleichmäßige und beliebig intensive Kühlung gestattet, 2. ein Überfließen des Kühlwassers ausschließt,

3. das Austreten unangenehmer Abgase oder feuergefährlicher Dämpfe verhindert, 4. dem zufälligen Eindringen von Wasser wirksam vorbeugt, 5. Destillationsvorgang wie auch Destillat selbst während der Kühlung ungehindert, da diese klar durchsichtig bleibt, beobachten läßt.

6. Was die Vorlage besonders als Vorlesungsapparat geeignet macht, ist, daß sie gestattet, durch das Hahnrohr a ohne jede Unterbrechung der Destillation und ohne Auseinandernehmen der Apparatur jederzeit eine beliebige Menge des Destillates zu entnehmen. Ein Wechseln der Vorlage ist daher nicht mehr nötig.

Weitere Verwendungsarten sind:

7. Ein an das Rohr a angeschliffenes Verlängerungsrohr b läßt sich mit einem Fraktionierkolben verbinden (Abb. 2), in welchen die eben in Vorlage A destillierte Fraktion I abgelassen und von neuem einer weiteren Fraktion in C unterworfen werden kann, während in die Vorlage A die Fraktion II in-

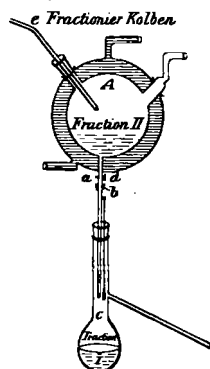


Abb. 2.

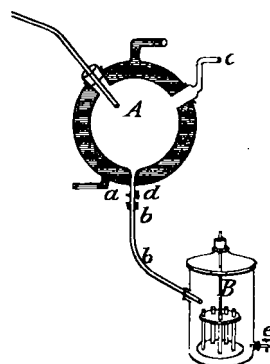


Abb. 3.

zwischen übergeht. Der Apparat ermöglicht durch diese Anordnung eine fort dauernde fraktionierte Destillation und erspart Zeit und Arbeit.

8. Durch Kombination mit einer Vakuumvorlage (z. B. der Brühlschen) kann bei einer Destillation im luftverdünnten Raum eine Fraktion entnommen werden, ohne daß das Vakuum aufgehoben und der Versuch unterbrochen werden muß. Das Hahnrohr a Abb. 3 wird zu diesem Zwecke mit dem entsprechend zugebogenen Verlängerungsrohr b in den Brühlschen Apparat B eingesetzt und letzterer wie die übrige Apparatur vom Tubus c der Vorlage A aus evakuiert. Bei Entnahme einer Fraktion aus Vorlage B wird Hahn d am Hahnrohr a geschlossen. In A dauert das Vakuum fort, und geht die nächste Fraktion über. Durch Öffnen des Hahnes e an B läßt sich Vorlage B entfernen. Nach Entnahme der Fraktionen läßt sich Vorlage B auch wieder leicht ohne Versuchsunterbrechung an A anschließen, wenn man die ursprüngliche Versuchsanordnung wiederherstellt (Hahn d geschlossen), dann von Hahn e an B aus mit Hilfe einer zweiten Saugpumpe und Manometer das gleiche Vakuum wie in A herstellt, hierauf e schließt und durch Öffnen von d die Kommunikation mit A von neuem erzeugt.

Die Vorlage wird von der Firma Franz Hugershoff in Leipzig hergestellt und vertrieben, faßt ca. 0,5 l, wodurch sie für alle Zwecke geeignet ist, und wird auf Wunsch mit eingeschliffener Retorte und ebensolchem Gasableitungsrohr geliefert.