

fügt und bei möglichst niedriger Temperatur titriert. Die Menge des Kochsalzes ist so zu halten, daß sie dem Verhältnis von etwa 2 Molen NaCl auf  $\frac{1}{2}$  Mol  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  entspricht. Aus Erwägungen verschiedener Art ergibt sich als die günstigste Menge für 100 ccm Wasser beiläufig 0,1 g. Von Methylorange löst man 1 g in 1 l heißem Wasser auf und verwendet für jede Titration 2 Tropfen; es dient zur Bestimmung der Bicarbonate und Carbonate. Die Seifenlösung wird aus Marseiller Seife bereitet und so gestellt, daß 1 ccm für 100 ccm Wasser  $2^\circ$  entspricht.

Die Ausführung wird auf folgende Weise vorgenommen: Man mißt in einem Meßkolben 100 ccm des auf Zimmertemperatur abgekühlten Wassers ab, fügt aus einem Tropf-  
fläschchen 10 Tropfen einer 20%igen Kochsalzlösung hinzu, versetzt mit 2 Tropfen Phenolphthalein und titriert mit Säure bis zur Entfärbung. Die Anzahl der verbrauchten Kubikzentimeter, wobei man auch die  $\frac{1}{10}$  ccm abliest, wird notiert (p). Nun gibt man 2 Tropfen Methylorange dazu und läßt so lange Säure einfließen, bis der Farbumschlag von Gelb in Rot eintritt. Die für Methylorange verbrauchte Menge Salzsäure gibt den zweiten Wert (m). Sodann wird die neutrale Flüssigkeit mit Seifenlösung titriert, wozu die Zahl von h ccm notwendig ist. Man sucht nun den betreffenden Fall in der Tabelle auf und ersieht aus der letzten Kolumne die vorzunehmende Änderung in der Präparation<sup>16)</sup>.

Es braucht nicht betont zu werden, daß eine rationelle Auswertung der Untersuchungsergebnisse die Dosierung der Zusätze und eine richtige Bemessung der zufließenden Wassermenge voraussetzt<sup>17)</sup>. Da der gebrannte Kalk niemals und die Soda nicht immer 100%ig sind, empfiehlt es sich, diese Fällungsmittel nicht in fester Form zu verwenden, sondern konz. Lösungen zu bereiten, deren Gehalt man mit Hilfe der Salzsäure bestimmen kann (für Kalk  $x = 2p$  Grade; für Soda  $y = 2(m + p)$  Grade). Auf diese Art läßt sich der Zusatz leicht bemessen. Es sind daher in der Tabelle die Präparationsänderungen in 1 Lösung ausgedrückt. Wird die Berechnung in einer anderen Einheit vorgezogen, so genügt die Hinzufügung eines Faktors. Da die Niederschläge, deren man sich zur Entfernung der Verunreinigungen des Wassers bedient, nicht ganz unlöslich sind, muß ein kleiner Rest toleriert werden. Wenn sich also bei der Untersuchung für m oder h Werte ergeben, die den Betrag von 2 nicht überschreiten, so sind sie zu vernachlässigen und nicht zu korrigieren. In gleicher Weise beläßt man einen geringen Sodaüberschuß, weshalb p gleich Null zu setzen ist, wenn es nicht mehr als 1 beträgt. Bei Beobachtung dieser Regeln wird sich gewöhnlich einer der Fälle 1–7 ergeben; sind jedoch alle drei Werte über den angegebenen Grenzen, so läßt man zunächst den kleinsten unberücksichtigt und korrigiert zunächst die beiden anderen, bis einer von ihnen den Grenzwert erreicht hat; dann wird wie früher vorgegangen.

Die Vorteile dieser modifizierten Methode bestehen in der Schnelligkeit, mit der sie ausführbar ist, in der Einfachheit ihrer Handhabung und vor allem in ihrer Genauigkeit. Die Kleinheit und die geringe Anzahl der notwendigen Gefäße gestatten die Unterbringung in einem kompendiösen Kasten, der bei Reisen bequem mitgeführt werden kann<sup>18)</sup>.

[A. 249.]

## Stickstoffbestimmungsapparat

nach Diplom-Ingenieur F. FRIEDRICHS.

(Eingeg. 23./I. 1913.)

Die volumetrische Stickstoffbestimmung nach Dumas bei der organischen Elementaranalyse wurde zuerst mit

<sup>16)</sup> Die Ausarbeitung der Tabelle ist von Baurat Wehrenfennig angeregt worden.

<sup>17)</sup> Vgl. Wehrenfennig, a. a. O.

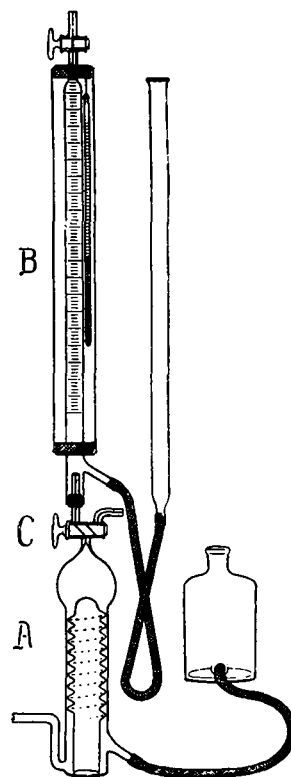
<sup>18)</sup> Die Ausführung der Kästen ist von der Firma W. Rohrbecks Nflg., Wien I., Giselastraße, übernommen worden, von wo sie bezogen werden können.

einem von Schiff konstruierten Apparate<sup>1)</sup> ausgeführt. Es ist dies eine mit einem Niveauröhr kommunizierende Gasbürette, welche mit Kalilauge beschickt ist, und in die das Gas behufs Absorption und Messung hineingetrieben wird. Eine ähnliche verbesserte Form gibt Bleier<sup>2)</sup> im 3. Teile seines trefflichen Werkes über gasometrische Methoden an. Die erste wesentliche Verbesserung des Schiff'schen Apparates gelang Prof. Ferry<sup>3)</sup> in Nancy, indem er unterhalb der Gasmeßbürette ein die Kohlensäure absorbierendes Gefäß nach dem Prinzip der Schraubenwaschflasche anbrachte. Neuerdings hat nun Friedrichs den Apparat noch weiter vervollkommen und dem Ferry'schen Apparat eine bequemere Form gegeben.

Im Friedrich'schen Apparat (s. Figur) gelangt das aus  $\text{CO}_2 + \text{N}_2$  bestehende Gasgemenge am unteren Ende durch ein seitliches Ansatzrohr in das mit Kalilauge beschickte Absorptionsgefäß A. Nachdem es hier zunächst eine kurze Quecksilberschicht passiert hat, folgt es den Gängen eines Schraubenrohrs und sammelt sich schließlich in der oberen kugelförmigen Erweiterung des Absorptionsgefäßes. Nach beendeter Reaktion treibt man durch Öffnen eines Friedrich'schen Zweigehannes C, welcher das Absorptionsgefäß mit der darüber befindlichen Gasbürette B verbindet, sowie durch Heben der Niveauflasche den Stickstoff in die mit Wasser gefüllte Bürette, woselbst die Ablesung des durch das Gas verdrängten Wasservolumens sofort vorgenommen werden kann.

Während demnach das Schiff'sche Nitrometer den Nachteil besitzt, daß das Gas direkt über der absorbierenden Flüssigkeit, deren Dampfdruck je nach dem Sättigungsgrade schwankt, gemessen wird, so ist beim Friedrich'schen Apparate diese Fehlerquelle ausgeschaltet, indem man das mit Wasserdampf gesättigte Gas über Wasser mißt. Auch ist im letzteren Apparate das Gasmeßrohr von einem Wassermantel umgeben, in welchem ein Thermometer angebracht ist, so daß hierdurch die jeweilige Temperatur des in der Bürette eingeschlossenen Gases richtig bewertet werden kann.

Verfertiger des bei zweckentsprechender Änderung der Absorptions- und Absperrflüssigkeit ohne weiteres auch für andere gasvolumetrische Bestimmungen sinngemäß anwendbaren Apparates ist die Firma Greiner & Friedrichs in Stützerbach in Thüringen. Dr. Roerdansz. [A. 20.]



## Über den Nachweis des Arsens mit Bettendorfschem Reagens.

Von L. W. WINKLER, Budapest.

(Eingeg. 20./I. 1913.)

Beim Reagieren mit Bettendorfschem Reagens betonen die Fachwerke zumeist, daß in schwefelsäurehaltiger Lösung die Reaktion nur kalt zur Ausführung gelangen darf, da beim Erwärmen das Stannochlorid auf die Schwefelsäure reduzierend wirkt, wodurch Schwefelwasserstoff bzw. Stannosulfid gebildet werden sollte.

Nach Vf. Versuchen verhält sich die Sache anders: Auch in Gegenwart von Sulfaten kann

<sup>1)</sup> Ber. 14, 885 (1881); Z. anal. Chem. 7, 430.

<sup>2)</sup> Bleier, Gasometr. Methoden S. 284 (1898); Ber. 30, 3124 (1897).

<sup>3)</sup> Z. anal. Chem. 51, 367 (1912).

man die Flüssigkeit getrost erwärmen, eine Abscheidung von Stannosulfid wird man nie beobachten können.

In welcher Weise sich dieser Irrtum in die Fachliteratur eingeschlichen hat, ist schwer zu entscheiden. Vielleicht wurde mit dem Reagens eine englische Schwefelsäure von so hohem Arsengehalte untersucht, daß zur Begründung der unerwartet starken Reaktion erwähnte Erklärung herangezogen wurde.

Zur Darstellung des Bettendorfschen Reagens empfiehlt Vf. folgende Vorschrift: Man löst 100 g nicht verändertes, also aus durchsichtigen Krystallen bestehendes Stannochlorid ( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) in so viel käuflicher allerstärkster Salzsäure (36–38%) daß die Lösung 1000 ccm betrage. Man wird meistens beobachten können, daß die anfänglich farblose Lösung tags darauf eine leichte bräunliche Farbe annimmt, also die für gewöhnlich in der Salzsäure enthaltenen Arsenspuren zur Ausscheidung gelangen. Nach längerem Stehen wird die Flüssigkeit wieder völlig farblos, da sich das Arsen als aus braunen Flocken bestehender Niederschlag am Boden der Flasche sammelt. Diese Selbstreinigung der Lösung läßt sich dadurch befördern, daß man die Glasstöpselflasche verbunden an einen warmen Ort stellt. Man kann, um die Arsenabscheidung zu beschleunigen, als Hilfsmittel vorteilhaft auch zu sehr feinem Pulver zerriebenes Glas verwenden. Man gibt zum einen Tag alten Reagens auf 1000 ccm etwa 1 g Glaspulver, schüttelt gut durch und läßt wieder ruhig stehen. Das sich sehr langsam zu Boden setzende Glaspulver reißt das Arsen mit sich, so daß man nach einem weiteren Tage das farblos und klar gewordene, vom Bodensatz abgegebene Reagens in Verwendung nehmen kann.

Das so dargestellte Reagens bildet eine völlig farblose rauchende Flüssigkeit vom spez. Gewicht 1,24–1,25. Es wird in kleinen Glasstöpselflaschen aufbewahrt.

Beim Prüfen auf Arsen nimmt man auf 1 Volumen der zu untersuchenden Lösung 5 Volumina vom Reagens. Man gibt also in eine Proberröhre etwa 2 ccm, möglichst mit Salzsäure bereiteter Untersuchungsflüssigkeit, mischt mit 10 ccm Reagens, erwärmt bis zum Aufkochen und stellt die Proberröhre auf eine halbe Stunde beiseite. Die Gegenwart von Schwefelsäure ist sogar günstig, da sie als wasserentziehende Substanz die Reaktion nur befördert. Beim Untersuchen von konz. Schwefelsäure auf Arsen, nimmt man etwa 1 ccm, verdünnt mit gleichviel Wasser und fügt dann erst 10 ccm Reagens hinzu. Im allgemeinen achtet man nur darauf, daß nicht zu wenig Reagens verwendet werde, da sonst die Reaktion versagt.

Bezüglich der Empfindlichkeit des Reagens möge bemerkt werden, daß, wenn man Salzsäure, die im Liter 0,01 g  $\text{As}_2\text{O}_3$  enthält, in angegebener Weise prüft, nach einer halben Stunde eine ziemlich kräftige Reaktion eintritt; die Grenze liegt bei Verwendung angegebener Mengen bei etwa 0,001 g  $\text{As}_2\text{O}_3$  im Liter.

Da das nach vorstehender Vorschrift bereitete Reagens sich im Gebrauche gut bewährte, fand es auch auf Vf. Vorschlag in der ungarischen Pharmakopöe (ed. III) Aufnahme. [A. 19.]

## Neue, elektrisch heizbare Trockenschränke.

Bei den bisher bekannten elektrisch heizbaren Trockenschränken findet die Temperaturregulierung mittels Drahtwiderständen oder Quecksilberthermometer-Kontakten statt. Die Regulierung mit den Drahtwiderständen bietet aber nie

eine Gewähr dafür, daß eine bestimmte Höchsttemperatur nicht überschritten wird, und die Regulierung mit den erwähnten Kontakten kann als zuverlässig nicht angesprochen werden, weil bei derartigen Kontakten mit der Oxydation des Quecksilbers zu rechnen ist, wodurch ihre Wirksamkeit nicht unbeeinflußt bleiben kann.

Dagegen geschieht die Regulierung der von der Firma Gebrüder Bischhausen in Bern (Schweiz) hergestellten elektrisch heizbaren Trockenschränken durch einen in jeder Hinsicht zuverlässigen patentierten Automaten, der es ermöglicht, die Temperaturen in bestimmten Höhen zu halten. Haben diese neuen Trockenschränke nämlich die gewünschte Höchsttemperatur erreicht, so schaltet der Automat den Heizstrom selbsttätig aus. Ebenso bewirkt er die Wiedereinschaltung des Heizstromes, wenn die Temperatur um  $1/2$ – $1^\circ$  gefallen ist. Der Heizstrom ist also zugleich Arbeitsstrom, und dieser verhütet ein Überschreiten der Höchsttemperatur in jedem Falle. Durch die periodische Ein- und Ausschaltung des Stromes sind die Betriebskosten der Berner Heizapparate erklärlicherweise ganz minimal.

Der Alleinverkauf der Trockenschränke liegt in den Händen der Firma Max Purmann in Düsseldorf, Elisabethstraße 44, die ernstlichen Reflektanten Musterapparate gern kostenlos in ihren Geschäftsräumen vorführt. [A. 59.]

## Die Jenaer Velox-Pumpe.

(Eingeg. 8./2. 1913.)

Unter dieser Überschrift ist im Aufsatzteil Seite 88 dieser Zeitschrift eine Wasserstrahlluftpumpe beschrieben, welche angeblich neu und mit Musterschutz belegt ist.

Der Unterzeichnete fertigt dieses Modell seit über zehn Jahren sowohl mit wie ohne Rückschlagventil an. Nur ist die Ausführung eine zweckmäßigere, da der Wasserzufluß so gelegen ist, daß er senkrecht über dem Ablauf liegt. Diese Luftpumpe wird von mir als Schweizer Modell bezeichnet, da sie ein Schweizer Glasbläser bei mir eingeführt hat, und ist bereits in Hunderten von Exemplaren nicht nur an Institute, sondern auch an Private verkauft worden. Der Preis hierfür beträgt 2,25 M ohne, 3,25 M mit Ventil, worauf bei Dutzendabnahme ein Nachlaß von 10% gewährt wird.

I. H. Büchler, Breslau I,  
Fabrik und Lager chemischer Apparate.

(Eingeg. 22./2. 1912.)

Die vorstehend von der Firma J. H. Büchler, Breslau, behandelte Wasserstrahlluftpumpe „Schweizer Modell“ ist nicht nur mir, sondern auch den meisten Interessenten bisher unbekannt geblieben. — Die Zeitschrift der Firma Büchler gab mir aber Veranlassung, ihre Bekanntschaft zu suchen und sie zu prüfen. — Obwohl im Prinzip gleich und in der Form ähnlich, ist sie in ihrer Wirkung infolge mehrerer Konstruktionsmängel, die das Zustandekommen des die Veloxpumpe auszeichnenden trichterförmigen Wasserstrudels beeinträchtigen, dieser weit unterlegen (um ca. 50%). Ob es zweckmäßig ist, den Wassereinlauf durch Verlängerung und Biegung des Zuflußrohres über dem Ablauf anzuordnen und dadurch den Apparat unnötig zu verlängern, wie bei dem „Schweizer Modell“, erscheint mir zweifelhaft.

Jena.

Erich Koellner.

**Berichtigung:** In dem Aufsatz von Dr. Theodor Meyer über „*Rationelle Salzsäurekondensation*“, ist der Anfang des ersten Satzes der Veröffentlichung (S. 97 des Aufsatzteils) durch Druckfehler entstellt. Es muß richtig lauten: Wer sich über die Methoden und Apparate zur Gewinnung von Salzsäure aus chlorwasserstoffhaltigen Gasen, ... unterrichten will, ...