

getauscht werden kann. Wenn aber der Sicherheit halber erst noch ein blinder Versuch mit destilliertem Wasser oder Chlornatriumlösung angestellt werden soll, so verliert diese Analysenvorschrift an der ursprünglich ins Auge fallenden Einfachheit.

Seit einer Reihe von Jahren lasse ich im analytischen Laboratorium (besonders von Anfängern) den Nachweis des Kaliums mit Vorteil in folgender Weise ausführen:

Zu der zu prüfenden Flüssigkeit, die natürlich nicht zu verdünnt sein darf, wird bei Zimmertemperatur eine ziemlich konz. Lösung von Natriumhydrotartrat hinzugefügt. Falls an Stelle dieses Reagens ein Gemisch von Weinsäure mit Natriumacetat angewandt wird, ist darauf zu achten, daß wohl die Weinsäure, nicht aber das Acetat in größerem Überschuß genommen wird²⁾. Erfolgt nun trotz sanften Reibens der Wandungen mit einem Glasstabe keine Krystallisation, so reibt man das an diesem hängenbleibende geringe Flüssigkeitsvolumen auf einem Uhrglase mit einem Tropfen einer ca. 10%igen Kaliumsalzlösung bis zur Krystallausscheidung zusammen und impft dann mit dem Glasstabe, an dem geringe Spuren der Krystalle hängen bleiben, die Untersuchungsflüssigkeit.

Die Ausführung der Untersuchung scheint mir nach dieser Vorschrift mindestens ebenso einfach und schnell zu sein wie nach L. W. Winkler, falls sie dessen Methode nicht gar darin übertrifft. Jedenfalls ist aber gleichzeitig die sichere Kontrolle gegeben, ob die Konzentrationen und die sonstigen Versuchsbedingungen richtig eingehalten sind. Da nämlich das Reagens in gelöster Form Anwendung findet, ist eine Verwechslung von Weinsäurekrystallen mit einer Hydrotartratabscheidung ausgeschlossen. Andererseits wird bei zu großer Verdünnung oder bei einem zu großen Überschuß von Natriumacetat auf dem Uhrglase die zur Kontrolle und zum Zweck der Impfung erzeugte Krystallbildung ausbleiben. Ein weiterer Vorteil ist noch darin zu erblicken, daß die in beschriebener Weise auszuführende Impfung wegen ihrer Bequemlichkeit und der Beschleunigung der Analyse nicht so leicht vergessen wird, während der nach L. W. Winkler auszuführende blinde Versuch bei Praktikanten fast stets unterbleibt.

Apparat zur Bestimmung des Luftgehaltes der flüssigen Kohlensäure.

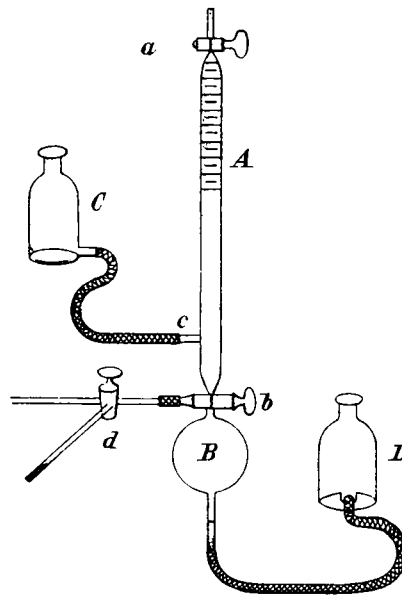
VON O. WENTZKI.

(Erlag. 27./5. 1913.)

Der Apparat besteht in der Hauptsache aus der mit zwei Hähnen (s. Abb.) *a* und *b* und einem Stutzen *c* versehenen Absorptionsbürette *A*, dem Meßgefäß *B* und den beiden Niveauflaschen *C* und *D*, von denen die erste zur Aufnahme von Kalilauge dient, während die zweite die Sperrflüssigkeit (Quecksilber) enthält. Der Schwanzstopfen des Dreiweghahns *b* ist durch einen kurzen Gummischlauch mit dem Dreiweghahn *d* verbunden. Bei der Bestimmung des Luftgehaltes der Kohlensäure wird an den Dreiweghahn *d* noch der Kohlensäurebehälter, sowie ein als Druckregler dienender Blasenähler (eine kleine einfache Waschflasche) angeschlossen.

Die Handhabung des Apparates ist folgende: Nachdem die verschiedenen Verbindungen hergestellt und die Niveauflaschen mit Kalilauge resp. Quecksilber gefüllt sind, wird durch Heben der Niveauflasche *D* das Meßgefäß mit Quecksilber gefüllt und dann der Dreiweghahn *b* so gestellt, daß das Meßgefäß abgesperrt ist. Nun öffnet man die Kohlensäureflasche und stellt den Dreiweghahn *d* so, daß die Kohlensäure durch den Blasenähler entweichen muß, wobei man den Kohlensäurestrom so reguliert, daß die Kohlen-

säureblasen in dem Blasenähler rasch, aber nicht stürmisch aufsteigen. Durch Umstellung des Hahnes *b* leitet man nun die Kohlensäure in die Bürette und läßt sie durch diese so lange entweichen, bis man annehmen kann, daß die Luft vollständig verdrängt ist, worauf durch entsprechende Drehung des Hahnes *b* und Senken der Niveauflasche *D* das Meßgefäß bis zur Marke mit Kohlensäure gefüllt wird. Das Meßgefäß wird nun wieder abgesperrt und die Kohlensäureflasche geschlossen. Nachdem weiter das Absorptionsgefäß mit Kalilauge gefüllt und die Niveauflasche *C* wieder gesenkt wurde, drückt man durch Öffnen des Hahnes *b* und Heben der Niveauflasche *D* die Kohlensäure aus dem Meßgefäß in die Bürette. Die Kohlensäureblasen sollen dabei nur langsam in der Kalilauge aufsteigen, und es darf der Hahn *b* daher nur wenig geöffnet, sowie die



Niveauflasche nicht allzu hoch gehoben werden. Ist die Kohlensäure nahezu aus dem Meßgefäß verdrängt, so bringt man das Quecksilber in Meßgefäß und Niveauflasche in Gleichgewichtsstellung und behält diese Stellung auch bei, bis die Kohlensäure vollständig in die Bürette getrieben ist, worauf der Hahn *b* wieder geschlossen und der Luftgehalt der Kohlensäure an der Bürette abgelesen wird. Das Resultat wird durch eine zweite Bestimmung kontrolliert. Ein Ausspülen des Meßgefäßes nach jeder Bestimmung ist nicht nötig, wenn man darauf achtet, daß keine Kalilauge aus der Bürette in das Meßgefäß fließt, was sehr leicht vermieden werden kann. Sollte der Fall infolge von Unachtsamkeit einmal eintreten, so muß eine Spülung des Apparates erfolgen, die aber ebenso wie die Bestimmung des Luftgehaltes der Kohlensäure nur wenige Minuten erfordert. Ist eine Spülung nötig, so läßt man die Kalilauge in das Niveaufäß zurücklaufen und ersetzt die Lauge durch Wasser, womit zunächst die Bürette und dann das Meßgefäß ausgespült wird. Die Niveauflasche *D* dient hierbei als Pumpe. Das Spülwasser läßt man durch den Stopfen des Dreiweghahnes *b* ablaufen, nachdem man die Verbindung zwischen *b* und *d* gelöst hat.

Das Ablesen des Luftgehaltes wird erschwert, wenn die Luft sich in kleinen Bläschen in der Bürette sammelt. In diesem Falle saugt man durch den Hahn *a* der Bürette einige Tropfen Weingeist in die Bürette, worauf der Schaum zusammenfällt. Um die Schaumbildung zu verhindern, kann man eventuell der Kalilauge vorher 20–25% Weingeist zusetzen. Das Prinzip des Apparates läßt sich auch bei anderen gasanalytischen Arbeiten benutzen. (Der Apparat wird von der Firma Dr. Bachfeld & Co., Frankfurt a. M. in den Handel gebracht.) [A. 121.]

²⁾ In überschüssigem Natriumacetat ist Weinstein beträchtlich löslich. J. W. Böttger, Qual. Analyse, 3 Aufl. 250 (1913).