

reinigungsmasse Quecksilber wenigstens zunächst nicht zugesetzt werden darf; auch läßt man die Schwefelsäure zweckmäßig zunächst unter Kühlen einwirken und verfährt weiter nach S. 428. Bei richtiger Befolgung der Angaben werden sehr genaue Resultate erhalten. Gasreinigungsmasse muß für die Untersuchung bei 50–60° getrocknet werden, damit sie für einen richtigen Durchschnitt fein zerrieben werden kann¹²⁾.

3. Der Stickstoff der Verbindungen ad 1a, b und c wird leicht durch Glühen mit Natronkalk quantitativ in NH_3 übergeführt, so daß man z. B. bei Reinigungsmasse auch diesen Weg sehr vorteilhaft wählen und 2–3 g und mehr verwenden kann. Sehr gut eignet sich dafür der Apparat Fig. 3.

4. Beim Zersetzen in dem Kölbchen Fig. 2 mit nur 7 bis 12 ccm Säure und wenig Hg oder CuO beträgt die in demselben Kölbchen zu destillierende Flüssigkeit meist nur 50 bis 60 ccm gegen das Acht- bis Zehnfache bei den üblichen Verfahren. Es genügt, ein Drittel abzudestillieren (der Sicherheit wegen besser ca. zwei Fünftel). Der Apparat Fig. 1 ist sehr bequem dafür und gibt sehr genaue Resultate, Belege s. S. 426.

5. Bei der Zersetzung der Hg-NH_3 -Verbindung mit Zinkstaub muß eine bestimmte Menge freies Alkali vorhanden sein. Die Alkalität hängt von der Menge Quecksilber in der Flüssigkeit (nicht vom Prozentgehalt an Hg) ab; so sind annähernd nötig für 1 g Hg = 6%; für 0,75 g Hg = 4% und für 0,25 g Hg = 2% freies NaOH , allgemein

$$\frac{V \times n}{\% \text{ NaOH}} = \text{Kubikzentimeter NaOH in V. (wenn n = nötige Gramm freies NaOH in 100 ccm für die betreffende Menge Hg)}$$
 z. B. bei 0,25 g Hg und 60 ccm zu destillierender Flüssigkeit $= \frac{60 \times 2}{33} = 3,64$ (ca. 4 ccm) NaOH -Lauge (330 g

pro Liter). Für das hier in Betracht kommende Volumen genügt annähernd 0,25 g Zinkstaub; 0,2 g war hinreichend, während 0,1 g nur eine sehr geringe Wirkung hatte und bei 0,5 g die Flüssigkeit schäumt. Zum Zersetzen mit H_2S ist die in geschlossenen Gefäßen gut haltbare Schwefelleber (Polysulfide) in fester Form sehr geeignet; für 0,25 g Hg genügt ein Stückchen von 0,6–0,7 g.

6. In der alkalischen Flüssigkeit ist keineswegs stets alles NH_3 gebunden, es hängt das nicht etwa nur von der Menge Quecksilber ab, sondern namentlich auch von der Menge des freien Alkalis. Bei 15–20% freiem NaOH wird auf 7 Mol. Hg nur 1 Mol. NH_3 gebunden, ist aber die Flüssigkeit nur alkalisch, so auf 2 Mol. Hg = 1 Mol. NH_3 ; im letzteren Falle bei 0,25 g Hg nur $\frac{0,25 \times 14}{199,6 \times 2} = 0,0088$ g N, das ist auf 1 g Substanz 0,88% N (s. S. 427).

7. Aus 6. folgt, daß man bei hohem Stickstoffgehalt zweckmäßig zunächst nur annähernd mit Alkalilösung neutralisiert und erst beim Aufsetzen des Stopfens für die Destillation NaOH in fester Form und dann ein Stückchen Schwefelalkali zusetzt (s. Fußnote⁸⁾ S. 428). Beim Destillieren mit Zinkstaub wird dieser zugesetzt, bevor vollständig alkalisch gemacht ist.

8. Bei genauer Erfüllung der Bedingungen ad 5. decken sich die Stickstoffbestimmungen beim Destillieren mit Zinkstaub und mit Schwefelalkali sehr gut. Beim Arbeiten mit Zinkstaub braucht noch weniger verdünnt zu werden, was namentlich bei Kohlen mit viel Asche beachtenswert ist.

9. Der blinde Versuch fällt mit Zinkstaub höher aus. Die Versuche zeigten, daß die hier vorhandene Alkalität schon genügt, um Stickstoffoxyde in NH_3 überzuführen, s. S. 430, Probe A u. B, und daß die Reagenzien wohl leicht NH_3 -frei, aber nicht ganz frei von Salpetersäure zu erhalten sind.

Bei geringem Stickstoffgehalt und beim Titrieren mit schwacher Säure ist stets neutrales destilliertes Wasser zu verwenden, ebenso beim blinden Versuch. Auch das aus NH_3 -freiem Wasser bereitete destillierte Wasser ist stets alkalisch. [A. 124.]

¹²⁾ s. J. f. Gasbel. 55, 716 (1912) über das Verhalten b. Trocknen und S. 718 betr. Korrektur.

Kombinierter Destillationsapparat.

Von Privatdozent Dr. LENHARD, Freiburg.

(Eingeg. 8./7. 1918.)

Erhitzen unter Rückfluß und Abdestillieren des Lösungsmittels sind zu den häufigeren Operationen des wissenschaftlichen Laboratoriums zu rechnen. Bislang war die Anordnung der Apparatur hierzu sehr wenig praktisch. Sollte nach Beendigung des Erhitzens unter Rückfluß zum Abdestillieren übergegangen werden, so mußte zunächst der Versuch für einige Zeit unterbrochen, der aufrechte Kühler aus dem Kork im Kolbenhals entfernt, ein neuer Stopfen für den Kolben zurechtgerichtet und für ein einzusetzendes Knierohr zurechtgebohrt, und dieses Knierohr seinerseits in den erweiterten Teil des Kühlerrohres mit neuem Kork und neuer Bohrung eingepaßt werden. Erst nach diesen Vorbereitungen konnte zum Abdestillieren übergegangen werden.

Die nachfolgenden Abbildungen stellen eine praktische Vereinfachung des erwähnten Verfahrens dar.

Abbildung I zeigt einen Bromierungskolben fertig zum Erhitzen unter Rückfluß. Der Tropftrichter 1 ist in dem eingeschliffenen Stopfen festgeschmolzen und mündet in den Innenraum des Kolbens. Dort endigt auch der ebenfalls mit dem Glasstopfen verschmolzene kurze Rohrstutzen, der bei 4 konisch erweitert und mit Innenschliff versehen ist. In diesen Schliff passen die konisch verjüngten Schliffteile 4 und 5 des Kühlerrohres vom Kühler 3. Ein aus dünnem Glas gefertigter Abtropfteller 6 ist mit Hilfe eines Gummistopfens am Kühlerrohr festgehalten und hält das vom Kühlermantel abfließende Kondenswasser auf. 7 und 8 sind Zu- und Ableitungsröhren für das Kühlwasser.

Abbildung II stellt die zum Abdestillieren umgewandelte Apparatur dar. Die Umänderung hierzu ist überaus rasch vorgenommen. An neuen Apparateteilen kommt lediglich das Knierohr 9 hinzu, das bei 4 konisch verjüngt ist und Außenschliff, und bei 10 konisch erweitert ist und Innenschliff besitzt. Ist das Erhitzen unter Rückfluß beendet, so löst man den Kühler aus der Umklammerung, hebt ihn aus dem Schliff 4 (Abb. I), setzt in 4 das Knierohr 9 ein (Abb. II) und paßt den Kühler mit dem Schliffteil 5 in den Schliff 10 des Knierohres ein. An der Strömungsrichtung des Kühl-

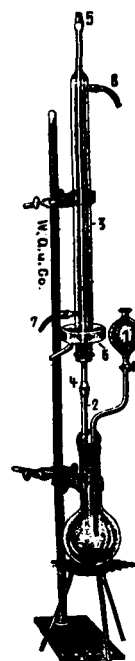


Fig. I.

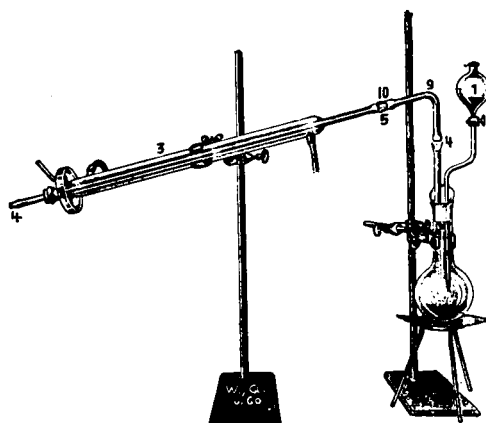


Fig. II.

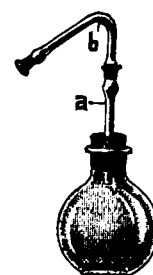


Fig. III.

wassers wird eine Änderung nicht vorgenommen, und auch der Abtropfteller behält seine Funktion in richtiger Weise.

Abbildung III veranschaulicht die Verwendung der neuen Einrichtung von Kühler, Knierohr und Rohrstutzen bei Gefäßen ohne eingeschliffenen Verschlussstopfen. Die Vorteile sind die gleichen.

Die Apparatur wird unter der Bezeichnung: „Kombinierter Destillierapparat nach Dr. Lenhard“ von der Firma Warmbrunn, Quilitz & Co., Apparatebauanstalt Berlin, NW. Heidestraße, hergestellt und vertrieben. [A, 139.]