

diesem und anderen Zwecken einen größeren Vorrat haben), die im Liter 14 g krystallisiertes Eisenalaun und 5 ccm konz. Schwefelsäure enthält. Die genaue Einstellung der Eisenalaunlösung kann entweder nach der gewöhnlichen Permanganatmethode oder durch Titanchlorür (l. e.) geschehen.

### Ausführung der Bestimmung.

Eine genau abgewogene Menge (0,5 – 1 g) des gepulverten und gebrüdeten Minerals (z. B. Rutil) wird während etwa 10 Minuten mit dem 10fachen Gewicht Ätzkali geschmolzen und nach dem Abkühlen mit Wasser in ein Becherglas gespült, in welchem ein starker Überschuß von Salzsäure sich befindet. Die erhaltene Lösung wird auf 250 ccm eingestellt, und nun werden 25 ccm in einem mit Bunsenventil versehenen Erlenmeyerkolben mittels granuliertem Zink und starker Salzsäure reduziert. Die Reduktion vollzieht sich in der Regel in etwa 10 Minuten, wenn aber viel Eisen zugegen ist, so muß man das Zink wenigstens 20 Minuten einwirken lassen, um eine vollständige Reduktion zu erzielen. Nachdem sich das granulierte Zink in der Säure vollständig gelöst hat, setzt man den Gunumi-Stopfen mit Bunsenventil auf und senkt in die heiße Lösung einen an dem durch das Ventil führenden Platindraht befestigten Zinkstab. Diesen läßt man in der Lösung verweilen, bis sich dieselbe abgekühlt hat. Man entfernt nun den Stopfen, spült die am Zinkstabe anhaftende Flüssigkeit mit der Waschflasche in den Kolben, leitet durch ein fast an das Niveau der Flüssigkeit reichendes Rohr Kohlensäure ein und titriert direkt mit Eisenalaun, unter Zugabe eines großen Überschusses an Rhodankaliun, bis eine bleibende Rotfärbung entsteht.

Die Methode ist rasch (bei titanreichen Mineralien, wie z. B. Rutil beansprucht eine Bestimmung inklusive Abwägen und Schmelzen etwa 40 Minuten) und liefert genaue Resultate.

Anstatt mit eingestellter Eisenalaunlösung kalt zu titrieren, kann man auch die noch heiße titanchlorürhaltige Lösung unter Einleiten von Kohlensäure mittels eingestellter Methylenblaulösung titrieren. In der Regel verwenden wir die Methylenblaulösung in einer Stärke von ungefähr 2 g im Liter. Die Einstellung geschieht durch Titration mit auf Eisenalaun eingestellter Titanchlorürlösung.

Nach unserer Erfahrung geben beide Methoden gleich genaue Resultate. Wolfram, Molybdän, Vanadin, Zinn und Chrom dürfen nicht zugegen sein.

Eine kleine Modifikation der oben angeführten Titration mit Eisenalaun besteht darin, daß man an Stelle von Rhodankalium einen Tropfen verd. Methylenblaulösung als Indicator verwendet. Wie bei der von uns beschriebenen Chinonbestimmung<sup>b)</sup>, zeigt sich dabei eine Bevorzugungswirkung, indem das Methylenblau nicht eher entfärbt wird, bis alles Titanchlorid in Titanchlorid übergegangen ist. Diese Modifikation hat den Vorteil, daß man mit der Titration nicht zu warten braucht, bis die Lösung sich abgekühlt hat.

Schließlich möge noch erwähnt sein, daß sich das Methylenblau ebenfalls zur quantitativen Bestimmung des Hydrosulfits<sup>6</sup>), des Molybdäns<sup>7</sup>), des Zinnchlorürs<sup>8</sup>), des Chroms<sup>9</sup>) und des Vanadins<sup>10</sup>) eignet.

*Faculty of Technology, Manchester University,*  
Oct. 30, 1913.

## Ein neuer elektromagnetischer Rührer.

Von HENRIK WEGELIUS.

(Enges. 21/10. 1913.)

Gelegentlich einer Untersuchung über die Nitrosylschwefelsäure stand ich vor der Aufgabe, energische Umrührung einer Flüssigkeit, die unter Luftabschluß mit ehe-

<sup>5)</sup> Ber. 43, 3435 (1910).

<sup>6)</sup> Knecht und Hibbert, Ber. 40, 3819 (1907).

7) Knecht und Attack, Analyst, 1911, 98.

<sup>8)</sup> Attack, J. Dyers & Col. **29**, 9 (1913).

b) Attack, Analyst 1913, 99.

misch sehr aktiven Gasen (Stickoxyd und Stickstoffperoxyd) sich im Gleichgewicht einstellen sollte, zu bewirken. Aus apparatechnischen Gründen war ein Schütteln des ganzen Reaktionsgefäßes ausgeschlossen. Glasrührer mit Quecksilberverschluß o. dgl. konnten nicht in Frage kommen, weil die genannten Gase sowohl Quecksilber wie jede andere Flüssigkeit zu stark angreifen. So ergab sich von selbst die Aufgabe, einen energisch wirkenden elektromagnetischen Rührer, bei dem alle Eisenteile durch einen chemisch widerstandsfähigen Überzug überdeckt waren, auszudenken. Die

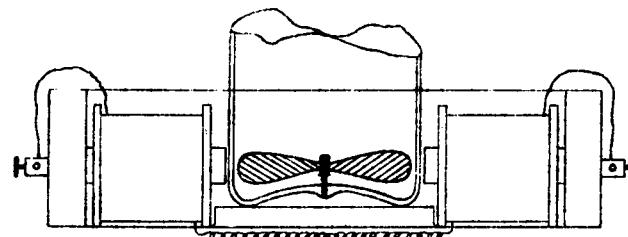


Fig. 1.

direkte Aufforderung zur Konstruktion eines solchen Apparates verdanke ich indessen Prof. Dr. G. B r e d i g , wofür ihm mein bester Dank gebührt. Da mein Rührer schon mehrere Jahre ausprobiert ist, meine Untersuchung über das Stabilitätsgebiet der festen Nitrosylschwefelsäure aber in der nächsten Zukunft aus äußeren Gründen nicht fortgeführt werden kann, glaubte ich Kollegen, die vor ähnlichen Aufgaben sich gestellt sehen, durch eine kurze Beschreibung meines Umrührapparates eventuell nützen zu können.

Der eigentliche Rührer besteht aus einem platinierter oder vergoldeten propellerförmigen Körper aus weichstem Eisen (Fig. 1 und 2), der um eine in den Boden des Reaktionsgefäßes eingeschmolzene Platinachse von ca. 1 mm Durchmesser frei rotieren kann. Um zu vermeiden, daß Eisen infolge der wenn auch geringen Abnutzung durch die Rotation dem Angriffe der Lösung ausgesetzt werde, ist zu dieser Achse passend in den Eisenkörper ein Platin-

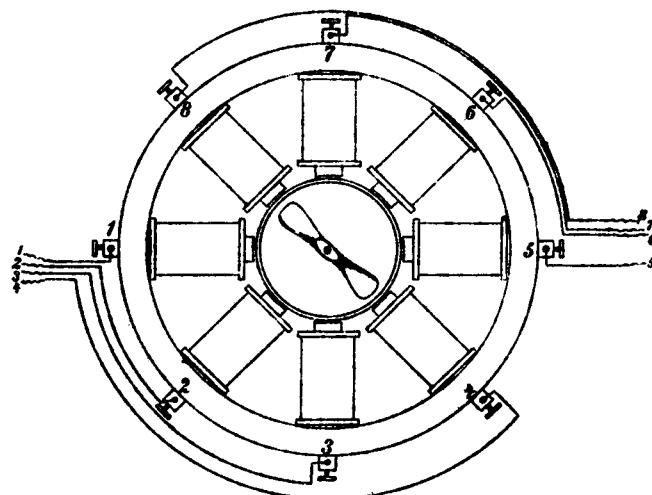


Fig. 2

ring von  $1\frac{1}{2}$ —1 mm Dicke eingelegt. Um den Rührer festzuhalten, trägt die Achse zwei Verdickungen. Das Einschmelzen der Platinachse geschieht zweckmäßig so, daß der schon fertiggestellte, nach der beabsichtigten Größe des Reaktionsgefäßes dimensionierte Rührer mitsamt Achse mittels Kupferdraht, dessen Enden durch den Gefäßhals geführt sind, in dem vorläufig bodenlosen Reaktionsgefäß festgehalten wird. Jetzt wird der Boden zugeschmolzen, in den halbfüssigen Boden die Platinachse eingedrückt und nach erneutem Erwärmen in der Flamme dem Boden durch Blasen die gewünschte Form gegeben. Bei dieser Arbeit fand ich es am bequemsten, einen Kautschukschlauch über den Flaschenhals zu schieben. Wenn der Rührer schon

genügend tief nach unten gedrückt war, bog ich die Kupferdrähte so um die Kante des Schlauchendes, daß ein bequemes Hineinblasen möglich war. Auf nachheriges langsames Sichabkühlenlassen in der leuchtenden Flamme ist selbstverständlich besonderes Gewicht zu legen, da Unvorsichtigkeit in dieser Beziehung bald ein Springen des Bodens des Reaktionsgefäßes zur Folge haben kann. Nach vollständigem Abkühlen wird der Kupferdraht durch starke Salpetersäure aufgelöst.

Zu meiner Verfügung stand Gleichstrom von 110 Volt. Mit Hilfe von einem System von konzentrisch um das

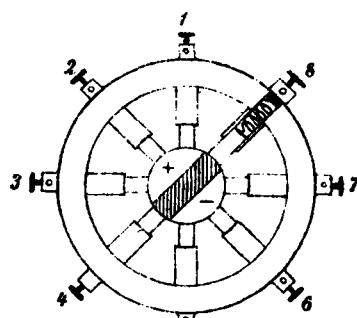


Fig. 3.

Reaktionsgefäß gruppierten Elektromagneten und einem rotierenden Kommutator wurde ein geeignetes Drehfeld erzielt. Die hinteren Enden aller Eisenkerne der Elektromagnete, deren ich 8 benutzte, waren durch ein ringförmiges Joch verbunden. Die einander gegenüberstehenden Elektromagnete bildeten in der Weise Paare, daß die Spulen hintereinander geschaltet und in der Weise gestellt waren, daß bei Stromdurchfluß die inneren Enden jedes Magnetpaars entgegengesetzten Magnetismus zeigten. Das ganze Elektrodensystem war, um Arbeiten im Flüssigkeitsthermostaten zu erlauben, in einem außen verzinnten (in den Figuren nicht eingezeichneten) Kupfergehäuse eingebaut. Die freien Enden der Spulenwicklungen wurden durch zwei Bleirohre nach außen geführt und mit den 8 symmetrisch

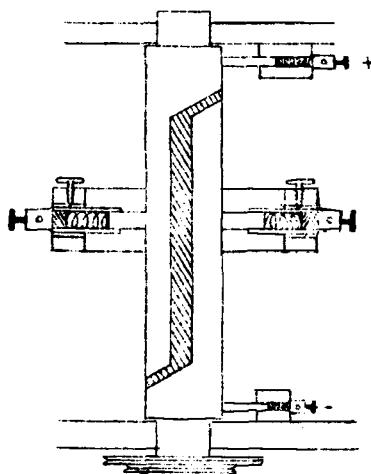


Fig. 4.

angeordneten Kohlenbürsten des Kommutators (Fig. 3 u. 4) in derselben Reihenfolge wie die Elektromagnete verbunden. Bei Stromdurchfluß waren bei richtiger Orientierung der Spulen immer 4 benachbarte innere Magnetenden nordmagnetisch, während die 4 übrigen südmagnetisch waren. Beim Rotieren des Kommutators mußte nun nacheinander jedes Paar der einander gegenüberstehenden inneren Magnetenden die Art des Magnetismus wechseln. Dem so entstandenen Drehfeld mußte der Rührer folgen,

und es hing die Intensität der Rührung nur von der Geschwindigkeit ab, mit welcher ich den Kommutator rotieren ließ. Weil die Funkenbildung mit der Zeit den Kommutator an der Schleifstelle der Kohlenbürsten etwas angegriffen hatte, ließ ich den Ebonitring, der als Halter für die Metallkapseln der Kohlenbürsten diente, längs der Achse des nicht zu kurzen Kommutators beweglich machen, was ja leicht und in verschiedener Weise zu erreichen ist. Vor dem Kommutator schaltete ich gewöhnlich einen Drahtregulierwiderstand ein. Die nötige Stärke des elektrischen Stromes richtet sich nach den Dimensionen der verschiedenen Apparateile, speziell denen der Spulen, nach der Geschwindigkeit der Umrührung und nach der Viscosität der Flüssigkeit resp. des Breies von Flüssigkeit und „Bodenkörper“. Ich brauchte nie über 4 Amp. zu gehen, meistens genügten auch für starke Umrührung bedeutend schwächere Ströme.

Um nicht zu viel Raum der Zeitschrift in Anspruch zu nehmen, muß ich es bei diesen Andeutungen bewenden lassen, hoffe jedoch, deutlich genug gewesen zu sein. Für den Fall des Bedarfes eines ähnlichen Apparates empfehle ich die Firma Fritz Köhler in Leipzig, die die Konstruktion des Apparates in Einzelheiten kennt.

Kelerovo, Rußland, Okt. 1913.

*Analytisches Laboratorium der Kupfer- und Messingwerke „Koltschugin“.*

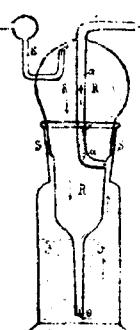
### Sicherheits-Gaswaschflasche nach Dr. Suchier.

D. R. G. M. Nr. 570457.

(Eingeg. 24.10. 1913.)

Wir haben bei vorliegender Gaswaschflasche den Vorteil, daß die Waschflüssigkeit bei etwa eintretendem Unterdruck nicht mehr, wie das bei den gewöhnlich im Gebrauche befindlichen Flaschen der Fall ist, durch das Einleitungsrohr zurücksteigen kann. Infolgedessen kann dieselbe auch nicht in den vorgeschalteten, meist heißen Destillierkolben oder das Gasentwicklungsgefäß gelangen, was in vielen Fällen ein Zerspringen derselben zur Folge hat.

Nebenstehende Zeichnung gibt einen Durchschnitt durch die Flasche, welche im wesentlichen aus zwei Teilen besteht: Einem inneren, oben in eine Kugel sich erweiternden Rohre R, welches bei S in den Flaschenhals eingeschliffen ist, und der äußeren, eigentlichen Flasche F. Durch das Einleitungsrohr E tritt das Gas ein, geht durch die Kugel des Rohres R der Pfeilrichtung nach und tritt unten bei O aus in die eigentliche Flasche F, welche etwa bis zur Hälfte mit Waschflüssigkeit angefüllt ist. Das Gas steigt in dieser auf, tritt durch die Öffnung innerhalb des Halses der Flasche F und verläßt sie wieder durch das Rohr a. Entsteht im Destillierkolben oder dem Gasentwicklungsgefäß ein Unterdruck, so steigt die Waschflüssigkeit durch die Verengerung des Rohres R hinauf in die Kugel, welche so groß ist, daß sie etwa  $\frac{2}{3}$  vom Rauminhalt der Flasche F faßt.



Da eine Waschflasche normalerweise nicht über die Hälfte beim Gebrauch angefüllt ist, so hat die zurücksteigende Flüssigkeit in der Kugel vollkommen Raum, kann also durch das Einleitungsrohr E nicht weiter zurücksteigen und somit nicht mehr in das Destillations- resp. das Gasentwicklungsgefäß gelangen.

Das Rohr E ist vorn noch mit einer Sicherheitsvorrichtung (eine kleine Glaskugel) versehen, so daß die Waschflasche auch in umgekehrter Richtung eingeschaltet werden kann.

Die Herstellung und den Vertrieb hat die Firma Dr. Hodes & Göbel, Ilmenau, übernommen. [A. 232.]