

# Zeitschrift für angewandte Chemie

Band I, S. 157—160

Aufsatzteil

29. Juni 1920

## Zur chemischen Schädlingsbekämpfung.

Von HANS HELLER, Leipzig.

(Eingeg. 26./3. 1920.)

In seiner Übersicht: „Die Chemie des Gartens“ (diese Zeitschr. **33**, I, 111 f.), sagt Dr. B. Waeser, daß Unfälle bei der Ungezieferbekämpfung mittels Blausäure bisher nicht bekannt geworden seien. Ich bin in der Lage, von einem solchen Unfall mit tödlichem Ausgang zu berichten. Er ist in mancher Beziehung lehrreich.

Im August vorigen Jahres wollte mein verehrter väterlicher Freund und Lehrer, Prof. Dr. H. in Eisenach, eine Anzahl von Motten befallener Kleidungsstücke mittels Blausäure desinfizieren. H. war Chemiker, hat bei K. A. Hofmann über Eisencyanverbindungen promoviert und war mir selbst als außerordentlich vorsichtig und gewissenhaft bekannt, so daß die Gewähr gegeben zu sein schien, daß die beabsichtigte Vergasung glatt verlaufen würde. Die Kleider befanden sich in einer Kiste mit Siebboden, unterhalb dessen in einer Schüssel in der üblichen Weise aus Natriumcyanid und verd. Schwefelsäure das Cyanwasserstoffgas entwickelt werden sollte. Der ganze Apparat wurde auf den Boden des Wohnhauses gebracht, um jede Gefahr für die Mitbewohner auszuschließen. Um ganz vorsichtig zu verfahren, hatte H. am Stopfen der Säureflasche einen Bindfaden angebracht, der es erlaubte, durch Ziehen aus größerer Entfernung die Flasche zu öffnen, worauf ihr Inhalt mit dem Cyanid in Berührung kam. Sobald die Gasentwicklung einsetzen konnte, war man bereits aus der Gefahrenzone heraus. Dieser Mechanismus versagte. Wie sich nachher herausstellte, war der Stopfen nur ein wenig gelockert. Immerhin war genügend Raum geschaffen, daß einige Tropfen Säure den Hals der Flasche passieren und das Cyanid erreichen konnten. Sobald H. gemerkt hatte, daß seine Zugvorrichtung nicht wirkte, trat er zu der Kiste, um nach dem Grund der Störung zu sehen. Er bemerkte keinen Blausäureduft und beugte sich nach unten. Die inzwischen entwickelte Gasmenge war jedoch offenbar hinreichend, um zu wirken. H. taumelte plötzlich und fiel unglücklicherweise mit dem Kopf dicht an den Siebboden der Kiste. Obwohl sofort ärztliche Hilfe herbeigeholt wurde, und obwohl H. von im übrigen gesunder Natur war, blieben sämtliche, hartnäckig fortgesetzten Wiederbelebungsversuche erfolglos. Nach drei Stunden war der Tod eingetreten.

Der erschütternde Fall legte naturgemäß die Frage nahe, aus welchen Gründen sein schwerer Verlauf möglich war. Fasse ich alle in Betracht kommenden Umstände zusammen, so scheinen die folgenden Ursachen vorzuliegen:

1. Der etwas komplizierte Apparat zur Gasentwicklung. Nur eine Anordnung, die sofort wirkt, ohne Nachprüfung nötig zu machen, schließt die Gefahr aus, die die Blausäure schon in geringen Mengen bietet.

2. Die große Hitze am Versuchstage, im Versuchsraum im besonderen. Sie bewirkte (von der Erhöhung der Reaktionsgeschwindigkeit ganz abgesehen) eine sehr hohe Diffusionsgeschwindigkeit des Blausäuregases. Durch den raschen Auftrieb waren auch die oberen Luftschichten in und neben der Kiste gaserfüllt; eine Erscheinung, die nach den Untersuchungen Fühners<sup>1)</sup> beim Cyanwasserstoffgas besonders drastisch ist. Diffundiert es doch mit Leichtigkeit sogar durch Zimmerdecken in darüber liegende Räume.

3. Die geringe Empfindlichkeit des Geruchsorganes gegen den Blausäureduft. Diese ist durchaus keine Ausnahme. Eigene lange Erfahrung bewies mir, daß die geruchlichen Fähigkeiten selbst vieler Chemiker erstaunlich gering sind. Sehr zum Nachteil ihrer selbst wie der Chemie im allgemeinen<sup>2)</sup>. Im besonderen aber wird der Cyanwasserstoffduft in der ihm gewöhnlich beigelegten Qualität („bittermandelähnlich“) von zahlreichen Menschen überhaupt nicht wahrgenommen<sup>3)</sup>. Dankenswerterweise nennt Vanino in seinem „Handbuch der präparativen Chemie“ ein hierfür in der Tat vorzügliches Reagens: die Zigarre. Selbst Spuren von Cyanwasserstoff werden durch einen ganz unverkennbaren bitteren Geschmack des Rauchkrautes wahrgenommen.

4. Endlich beweist der Unfall aufs neue die außerordentliche Giftigkeit der Blausäure. Ich möchte darum in

<sup>1)</sup> Vgl. Naturwissensch. Wochenschr. N. F. **19**, 76 [1920].

<sup>2)</sup> Vgl. „Der Duft als analytisches Kennzeichen“ vom Vf., Deutsche Parfümerie-Ztg. **1919**, Nr. 9.

<sup>3)</sup> Nach Fühner von etwa 30 v. H.

nahezu allen Fällen ihrer Anwendbarkeit vorschlagen, sie durch ein für den Menschen weit weniger gefährliches Mittel zu ersetzen, durch das Chlorpikrin<sup>4)</sup>. Seine Eigenschaften lassen es als vollwertigen Ersatz der Blausäure ohne deren Nachteile erscheinen. Das von G. Bertrand<sup>5)</sup> und seinen Mitarbeitern zuerst erprobte und empfohlene Chlorpikrin hat sich auch in eigenen Versuchen vorzüglich bewährt. Ich hoffe, darüber nächstens Weiteres mitteilen zu können. [A. 18].

## Zur Normierung der chemischen Glasgeräte.

Berichte der Fachgruppe für chemisches Apparateswesen.

Von FRITZ FRIEDRICHS.

(Mitteilung aus dem glastechnischen Laboratorium der Firma Greiner &amp; Friedrichs, G. m. b. H., Stützerbach, Thür.)

(Fortsetzung von S. 156.)

### 7. Destillationsgeräte.

Destillationsgeräte dienen zur Trennung von Gemischen auf Grund der verschiedenen Siedepunkte der Komponenten, unter der Voraussetzung, daß die Siedekurve des Systems kein Minimum oder Maximum aufweist. Die Apparatur besteht aus dem Siedegefäß, dem Fraktionsaufsatz, dem Kühler und der Vorlage.

#### Siedegefäße.

Als Siedegefäße gebraucht man Kolben und Retorten; Vorschläge zur Normierung dieser Apparate sind schon von Thiene<sup>10)</sup> in seiner Arbeit gemacht worden, weshalb ein Hinweis genügen möge.

#### Fraktionsaufsätze.

Fraktionsaufsätze der verschiedensten Konstruktionen sind im hiesigen Laboratorium geprüft, und die Resultate dieser Prüfung hier<sup>11)</sup> veröffentlicht worden. Der einfachste und billigste Aufsatz, der von Hempel, ist unstreitig auch der wirksamste. Eine besondere Form der Fraktionsaufsätze stellen die Tropfenfänger der



Fig. 33.

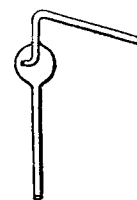


Fig. 34.

analytischen Destillationsapparate, z. B. der Apparate zur Ammoniakbestimmung dar, die nur den Zweck haben, hochspritzende Lauge vom Destillat fernzuhalten. Die häufigste Form stellt die in Fig. 34 abgebildete dar, die auch als Normalform aufgenommen werden kann.

Der Hempelsche Fraktionsaufsatz (Fig. 33) wird meist in der nebenstehend dargestellten Form angefertigt, welche auch bei größeren Dimensionen die zweckmäßigste ist. Die kleinste Nummer kann durch Vereinigung der beiden Teile zu einem Stück vereinfacht werden. Das seitliche Ansatzrohr der Aufsätze soll hier wie bei allen folgenden 8 (1) mm Durchmesser und 100 (10) mm Länge haben, sein Gefälle 20 (5)° betragen. Das untere Ende der Aufsätze habe einen Durchmesser von 12 (1) mm bei einer Länge von 100 (10) mm.

<sup>4)</sup> Vgl. „Ein neues Insektenvertilgungsmittel“ vom Vf., Naturwissensch. Wochenschr. N. F. **18**, 425 [1919].

<sup>5)</sup> Comptes rendus **168**, 742 [1919], sowie an zahlreichen Stellen von **169**.

<sup>10)</sup> Thiene, Angew. Ch. **33**, 18 [1920].

<sup>11)</sup> J. Friedrichs, Angew. Ch. **32**, 340 [1919].

Die übrigen Maße gibt folgende Tabelle.

Größen	I	II	III
Länge	250 (10)	500 (10)	1000 (10) mm
Durchmesser	20 (1)	30 (1)	30 (1) mm
Länge des Einsatzrohres	—	100 (10)	100 (10) mm
Durchmesser desselben	—	18 (1)	18 (1) mm

Die Füllmasse soll aus Glaskugeln oder Glasrohrstückchen bestehen, die, um eine unregelmäßige Lagerung zu erzielen, analog den Raschig'schen Ringen in Längen gleich ihrem Durchmesser geschnitten sind. Ein Aufrauen der Oberfläche durch Anätzen mit Flußsäure soll die Wirkung verbessern. Der Durchmesser der Kugeln oder Röhren soll im unteren Teil des Apparates größer sein als oben, um glatten Rücklauf des Kondensates zu ermöglichen.

Der Tropfenfänger zur Ammoniakbestimmung hat im allgemeinen die folgenden Dimensionen: Durchmesser des Dampfeintrittsrohres 12 (1) mm, der Kugel 60 (3) mm, des Austrittsrohres 8 (1) mm.

Als Material für die Aufsätze genügt ein hartes Apparateglas, nur der Tropfenfänger muß unter allen Umständen aus einem resistenten Glas hergestellt werden, da sonst das durch den Dampf aus dem Glas gelöste Alkali die Resultate wesentlich beeinträchtigen kann<sup>12</sup>).

#### Kühler.

Wie die Fraktionsaufsätze sind auch die Kühler im hiesigen Laboratorium einer Prüfung unterworfen worden<sup>13</sup>), als deren Ergebnis die folgenden Konstruktionen als Normalformen aufgestellt werden können: der Liebig'sche Kühler, der Schlangen- und der Schraubenkühler.

Der Liebig'sche Kühler wird in zwei Formen, mit Gummiverbindung zwischen Kühl- und Mantelrohr (Fig. 35) und mit eingeschmolzenem Kühlrohr (M o h r'scher Kühler) (Fig. 36) angefertigt.



Fig. 35.



Fig. 36.

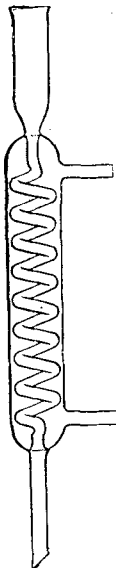


Fig. 37.

Keine der beiden Formen erscheint mir entbehrlich. Der Kühler mit Gummiverbindung erlaubt Austausch des Kühlrohres und Verwendung von Kühlrohren aus resistentem Glase, ohne auch den Mantel aus diesem teureren Glase anfertigen zu müssen. Beide Kühler existieren in 8 Größen, ich glaube, mit 4 und 3 Größen bequem auszukommen. Von den Kühlern mit Gummiverbindung bringe ich noch ein kleineres Modell, als bisher in den Preislisten verzeichnet, von 100 mm Länge in Vorschlag. Derselbe stellt in vielen Fällen, z. B. bei Vakuumdestillation durch Überschieben über das Ansatzrohr des Destillierkolbens, bei Ammoniakbestimmung usw. eine so wesentliche Vereinfachung der Apparatur dar, daß seine Aufnahme als Normalform gerechtfertigt erscheint. Der Kühlermantel der Liebig'schen Kühler wird meiner Ansicht nach meist viel zu weit gewählt, ein Durchmesser von 25 (5) mm genügt, im Gegensatz zu der bisher üblichen 35—40 mm. Der Kühler wird dadurch leichter, billiger und bedarf nicht mehr der unförmlich großen und teuren Klammern zum Einspannen. Die Schlauchansätze sollen an der gleichen Seite des Mantels angebracht werden und bei Gebrauch nach oben stehen. Ein wesentlicher Vorteil des wechselseitigen Ansatzes ist nicht vorhanden. Der Spielraum zwischen Kühlrohr

und den Tuben des Mantels soll nicht größer als 1 mm sein. Das Kühlrohr wird häufig zu starkwandig angefertigt, im Interesse der Kühlwirkung darf die Wandstärke 0,5 mm nicht überschreiten. Jeder Kühler soll mit einem Vorstoß versehen sein, welcher den Normalstopfenmaßen angepaßt werden muß. Ich glaube, eine einheitliche Weite von 23 mm ist bei allen Kühlern durchführbar. Um ein Zerbrechen des Vorstoßes beim Eindrehen des Stopfens zu vermeiden, muß derselbe stärker als das Kühlrohr ausgebildet werden, am besten nicht unter 1 mm Wandstärke. Die übliche Verengung des Kühlrohrendes erleichtert zwar die Einführung desselben im Stopfen, ist jedoch dem freien Ablauf des Kondensates hinderlich, weshalb mir ein Abschrägen des Endes vorteilhafter erscheint. Für die einzelnen Größen bringe ich folgende Maße als Normen in Vorschlag.

Größen	I	II	III	IV
Mantellänge	100 (5)	250 (10)	500 (10)	1000 (10) mm
Manteldurchmesser	20 (5)	25 (5)	25 (5)	25 (5) mm
Tubuslänge	30 (2)	30 (3)	30 (2)	30 (2) mm
Tubusdurchmesser	10 (1)	14 (1)	14 (1)	14 (1) mm

#### Schlauchansätze:

Länge	35 (5)	35 (5)	35 (5)	35 (5) mm
Durchmesser	8 (1)	8 (1)	8 (1)	8 (1) mm
Kühlrohrdurchmesser	—	12 (1)	12 (1)	12 (1) mm

#### Mit eingeschmolzenem Kühlrohr (M o h r).

Größen	I	II	III
Mantellänge	200 (10)	400 (10)	800 (10) mm

Die übrigen Maße wie oben.

Schlangenkühler haben den Vorteil sehr großer Kühlrohrlänge bei geringem Raumbedarf. Ein Nachteil ist, daß sie nicht als Rückflußkühler verwendet werden können und, um einen glatten Ablauf des Kondensates zu erzielen, senkrecht stehen müssen. Sie werden in 5 verschiedenen Ausführungen hergestellt, von denen 3 veraltet oder unnötig kompliziert sind, so daß nur zwei Formen beibehalten zu werden brauchen: die Form mit eingeschmolzenem Schlangenrohr (Fig. 37) für Kühlrohre kleinerer Durchmesser, die mit Stopfenverbin-

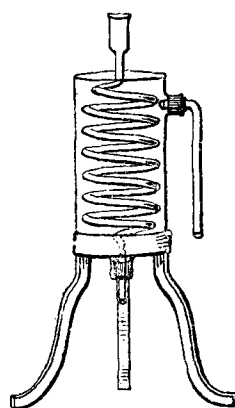


Fig. 38.

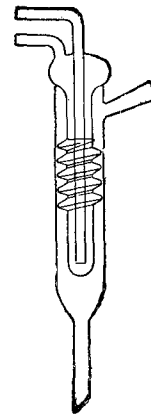


Fig. 39.

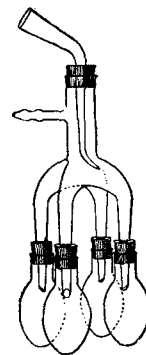


Fig. 40.

dung zwischen Kühlrohr und Mantel für größere Durchmesser (Städelerscher Fig. 38). Die erste Form ist in 7 Größen gangbar, 2 Größen genügen. Der Kühler nach Städelerscher wird in 3 Größen hergestellt, eine Größe und zwar die größte wird allen Ansprüchen gerecht. Die Dimensionen der einzelnen Größen gibt folgende Tabelle.

Größen	I	II	Städelers
Mantellänge	150 (10)	300 (10)	250 (10) mm
Manteldurchmesser	35 (5)	35 (5)	125 (10) mm
Durchmesser der Schlange	30 (5)	30 (5)	110 (10) mm
Ganghöhe	15 (5)	15 (5)	20 (10) mm
Rohrweite	6 (1)	6 (1)	10 (1) mm
Tubusweiten	—	—	18 (1) mm

Die übrigen Maße wie bei Liebig'schen Kühlern.

Das Abdichten des Mantels der Kühler nach Städelers gegen das Kühlrohr macht oft Schwierigkeiten, die in erster Linie dadurch hervorgerufen werden, daß der Tubus sich nach oben verengt, der Stopfen also von unten nach oben, dem Wasserdruck entgegen eingesetzt werden muß. Ich schlage daher vor, den Tubus nach der anderen Seite konisch verlaufen zu lassen, so daß der Stopfen durch den Druck des Wassers nicht gelockert, sondern festgedrückt wird. Das Einsetzen des Schlangenrohres mit dem Stopfen bietet bei der Weite der Städelerschen Kühler keine Schwierigkeit.

Als dritte Normalform kommen die Schraubenkühler (Fig. 39) in Betracht, die bei noch geringerem Raumbedarf eine den Schlangenkühlern ebenbürtige Wirkung haben. Im Gegensatz zu den Schlangenkühlern sind sie als Rückflußkühler verwendbar und bedürfen nicht der senkrechten Aufstellung der letzteren. Als Kühler für

<sup>12</sup> Krensler u. Henzold, B. 17, 34 [1884]; Anal. Chem. 23, 532 [1884]; Bohlig, Anal. Chem. 23, 518 [1884]; Reinitzer, Angew. Chem. 13, 577 [1894].

<sup>13</sup> F. Friedrichs, Angew. Ch. 33, 29 [1920].

Vakuumdestillation sind die Schraubenkühler nicht geeignet, da die Schraube häufig nicht stark genug ist, dem Luftdruck Widerstand zu leisten. Der Kühler wird in zwei Größen mit folgenden Maßen angefertigt:

Größen	I	II
Mantellänge	150 (10)	200 (10) mm
Manteldurchmesser	30 (2)	35 (2) mm
Weite des Vorstoßes	23 (1)	23 (1) mm

Als Material für die Kühlrohre soll, wenn organische Flüssigkeiten destilliert werden, ein hartes Apparateglas, zur Destillation wässriger Lösungen, besonders für analytische Zwecke (Ammoniakbestimmung), stets ein resistentes Glas Verwendung finden. Für Kühlmäntel genügt ein weiches Apparateglas, sofern nicht das eingeschmolzene Kühlrohr aus technischen Gründen die Verwendung eines weichen Glases ausschließt.

#### Vorlagen.

Zum Auffangen des aus dem Kühler herabtropfenden Kondensates dienen bei Destillation unter Atmosphärendruck Becher und Kolben, wie sie auch für andere Zwecke im Laboratorium Verwendung finden. Dieselben sind wie die zu Retorten verwendeten Vorlagen schon von Thiene der Normierung unterworfen worden. Die Absorptionsvorlagen für analytische Destillationen (Ammoniakbestimmung) werden unter Absorptionsgeräten behandelt. Für Vakuumdestillation verwendet man meist Destillierkolben als Vorlagen, nur bei fraktionierter Destillation im Vakuum sind besondere Vorrichtungen erforderlich.

Bei Beurteilung der einzelnen Konstruktionen dieser Vorlagen ist zu beachten, daß das Destillat nirgends mit einem Schliff in Berührung kommt, da die Fraktionen sonst durch Hahnfett verunreinigt werden. Ein Einfetten der Schliffe ist erforderlich, wenn man den Apparat ohne Quecksilberdichtung, die den Apparat ganz wesentlich verteuern würde, dicht halten will. Aus diesem Grunde sind die Vorlagen von Pauly (Fig. 40 und 41) und Brühl (Fig. 42) anderen Konstruktionen vorzuziehen.

Die Vorlage von Pauly wird in zwei Modifikationen hergestellt, die ältere mit Gummistopfenverbindung (Fig. 40), die neuere mit an-

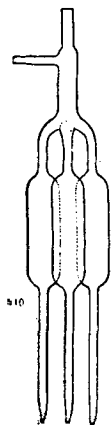


Fig. 41.

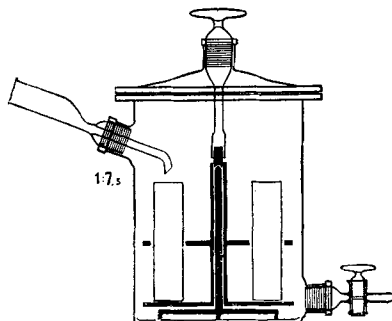


Fig. 42.

geschmolzenen Aufnahmegefäßen für die einzelnen Fraktionen, die nach beendeter Destillation durch Abbrechen der Spitzen entleert werden (Fig. 41). Die erste Form hat der zweiten gegenüber den Vorteil, daß die Größe der angesteckten Kälbchen der Menge der einzelnen Fraktionen angepaßt werden kann. Die zweite Form erspart die Gummistopfen und kann durch Einsetzen in ein Gefäß mit Wasser, Eis oder einer Kältemischung gekühlt werden, wodurch die Verluste an niedrigsiedenden Fraktionen verringert werden. Bei der ersten Form würde man Gefahr laufen, beim Öffnen der Kälbchen an den Stopfen haftende Kühlflüssigkeit in die Fraktion zu bringen, oder bei Undichtigkeiten Wasser in den Apparat zu saugen. Die Korkverbindungen, mit welchen die Vorlagen in den Handel kommen, sind zwecklos, da sie doch nicht genügend dicht schließen. Die Apparate sollten daher entweder mit Gummistopfen oder überhaupt ohne Stopfen geliefert werden. Die letztere Art der Lieferung ist vorzuziehen, da Gummistopfen nach längerer Lagerung in gespanntem Zustande undicht werden. Das Zusammensetzen des Apparates ist nach Normierung derselben so erleichtert, daß diese kleine Mühe nicht mehr gescheut zu werden braucht. Als bewegliche Verbindung der Vorlagen dient bei der ersten Form ein Gummistopfen, bei der zweiten ein Gummischlauch, auch die Verwendung eines Schliffes wäre vorteilhaft. Die Vorlagen sollen für vier Fraktionen, also mit vier Kälbchen hergestellt werden. Die Maße der Vorlagen sind die folgenden:

Bei der ersten Form, Weite des Vorstoßes 23 (1) mm, des Verteilungsstückes 23 (1) mm, Halsweite der Auffangegefäße 18 (1) mm, Inhalt derselben 50 (10) mm. Bei der zweiten Form, Weite des Halses des Verteilungsstückes 9 (1) mm, Größe der Auffangegefäße 25 (5), 60 (5) mm.

Zum getrennten Auffangen von mehr als vier, bis zu sieben Fraktionen verwendet man die Brühlsche Vorlage (Fig. 42). Die einfachste und zweckmäßigste Form dieses Apparates ist in Fig. 42 dargestellt. Als Auffangegefäße für die einzelnen Fraktionen dienen 7 Zylinder von 30 (1) mm Durchmesser und 120 (2) mm Höhe, die in einem drehbaren Gestell stehen. Das ganze Gestell befindet sich in einem großen Glasgefäß von 150 (10) mm Weite und 270 (10) mm Höhe und kann durch ein Schliffstück, welches durch den Deckel mit einer flachen Hülse das ebenfalls flache Ende des Gestelles lose erfäßt, nach Belieben gedreht werden. Der Kühler wird an dem oberen Tubus, welcher eine Neigung von 20 (5)° aufweisen soll, mit einem Vorstoß befestigt. Der Vorstoß soll so geformt sein, daß glatter Ablauf des Destillates gewährleistet ist. Die Vakuumleitung wird mit dem Hahn des unteren Tubus verbunden. Die Vorlage eignet sich weniger zum Auffangen niedrigsiedender Fraktionen, wie die Vorlage von Pauly, da sie nicht so wirksam gekühlt werden kann. Zur Destillation hochsiedender, viscoser Stoffe leistet sie jedoch gute Dienste, da die weiten Zylinder leichter gereinigt werden können, der Substanzverlust also geringer ist. Die Brühlsche Vorlage soll nur in einer Größe mit einem Volumen der einzelnen Fraktionen bis zu 80 ccm angefertigt werden. Jede Vorlage ist mit zwei vollständigen Sätzen der Auffangezylinder, also 14 Stück zu liefern. Die Weite des Vorstoßes betrage 23 (1) mm und verjünge sich auf 8 (1) mm. Der Hahn soll 2 (0,5) mm Bohrung und Schlauchwellen von 8 (1) mm Durchmesser besitzen.

Bei Hochvakuumdestillation ist es erforderlich, zwischen Vorlage und Pumpe weitere Vorlagegefäße mit einer Kühlung durch flüssige Luft einzuschalten, welche Dämpfe von der Pumpe fernhalten und leichter siedende Fraktionen auffangen sollen. Hierfür verwendet man Kondensationsröhren, das sind Apparate, welche die Wirkung von Kühler und Vorlage vereinigen. Meist verwendet man für diese Zwecke waschflaschenähnliche Gefäße zylindrischer Form mit rundem Boden. Um ein Einfrieren des Apparates zu vermeiden, soll das Zuleitungsrohr, soweit es unter den Spiegel der Kältemischung reicht, mindestens 10 mm weit sein. Der Durchmesser des ganzen Apparates soll 30 mm nicht überschreiten, um nicht zu große We-

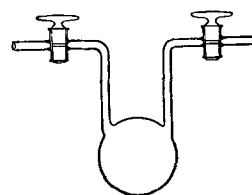


Fig. 43.

holdsche Gefäße verwenden zu müssen. Die Schlauchansätze sollen einen Durchmesser von 8 mm haben, häufig wird man allerdings von Schlauchverbindungen überhaupt absehen und eine sicherere Verbindung durch Zusammenschweißen der Schlauchansätze herstellen. Zur Kondensation von Gasen wird häufig das Gaseintrittsrohr schlangenförmig um das Eintrittsrohr gewunden. Wohl nur Demonstrationszwecken dienen die Kondensationsröhren der meisten Preislisten. Für diese Zwecke halte ich die nebenstehende Form (Fig. 43) für ausreichend. Die einfacheren Formen können ohne besondere glasbläserische Fertigkeit selbst hergestellt werden.

Als Material der Vorlage genügt ein hartes Apparateglas, soweit neutrale organische Fraktionen in Betracht kommen. Das äußere Gefäß der Brühlschen Vorlage darf auch aus einem weichen Apparateglas bestehen, da das Kondensat nicht mit seiner Wandung in Berührung kommt.

Die Toleranzen sind wie immer den Maßen in Klammern beigefügt. (Fortsetzung folgt.)

## Beiträge zur Gewichtsanalyse XIII.<sup>1)</sup>

### XVI. Bestimmung der Schwefelsäure.

(Dritte Abhandlung.)

Von L. W. WINKLER, Budapest.

(Eingeg. 23./2. 1920.)

Bei der Fortsetzung der Untersuchungen bezüglich der Bestimmung der Schwefelsäure als Bariumsulfat wurde gefunden, daß, wenn Proben verdünnter Schwefelsäure der Reihe nach mit  $\text{KHCO}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  oder  $\text{NH}_3$  gesättigt werden, und man zur Lösung 1% Ammoniumchlorid, ferner 1–10% n. HCl gibt, das Ergebnis innerhalb der Versuchsfehlergrenzen dasselbe ist, während ohne Ammoniumchloridzusatz, besonders, wenn man die Schwefelsäure mit  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  sättigt, etwas verschiedene Zahlen erhalten wurden (vgl. Abschn. XV); das Ergebnis ist bei der Verwendung von  $\text{NH}_4\text{Cl}$

<sup>1)</sup> Vgl. Angew. Chem. 30, I, 251 u. 301 [1917]; 31, I, 46, 80, 101, 187, 211 und 214 [1918]; 32, I, 24, 99 und 122 [1919]; 33, I, 59 [1920].