

gewohnter Weise zu führen. In Begleitung Deines Arztes unternimmst Du die anstrengende weite Reise. Du wolltest unter anderem die beiden Enkel des Gründers unserer Firma, Deinen jüngsten Sohn Waldemar und Deinen Neffen, den einzigen Sohn Deines seit Wochen schwer erkrankten Schwagers, unseres lieben Freundes Friedrich Bayer, den Namensträger unseres Hauses, der Generalversammlung als jüngste Mitglieder des Aufsichtsrats zur Wahl empfehlen und sie in ihre Tätigkeit persönlich einführen.

Schon damals, wenn auch nicht vollbewußt, hast Du in teilweise von Rührung erstickter schöner Rede der Ahnung Ausdruck gegeben, daß wir Dich, früher als wir alle geglaubt, missen müßten. Du hast das Richtige vorausgesehen. Nur noch wenige Tage heftigen Kampfes Deiner starken, zähen, energievollen Natur mit den durch Zeit und Arbeit verbrauchten Körperkräften hat es gedauert, dann hast Du, ohne die Schwingen des um Dich kreisenden Todes vorher auch nur mit einem Hauch zu vernehmen, die Reise ins dunkle Tal des Schattens angetreten, aus dem keine Rückkehr möglich ist.

Nun stehen wir alle — Verwandte, Freunde und Bekannte — verlassen da und denken in Schmerz und Wehmut der schönen vergangenen Zeiten Deines langen gesegneten Lebens, da Du unter uns weitest als Froher, in Erfolg verheißendem Streben unermüdlich Neues Schaffender, vom Glück wie kaum einer von uns verwöhnt. Es ging Dir wie Faust, den Goethe auf der höchsten Höhe des Lebens wandelnd sagen läßt:

„Ihr glücklichen Augen, was je ihr gesehn,
Es sei, wie es wolle, es war doch so schön.“

Und der Grund hierfür?

Auch Du hattest, wie Segantini in Malaga im Engadin den Wahlspruch über die Tür Deines Hauses geschrieben: „Arbeitsamkeit ist Pflicht.“ Auch Du eifertest Friedrich dem Großen nach, der in seinen hinterlassenen Schriften sagt: „Der Mensch ist für die Arbeit geboren.“

Auch Dir gab die Arbeit als solche, nicht nur ihr Erfolg, Freude und wahre Befriedigung. Deshalb hat sich auch bei Dir der alte Spruch Fischarts bewahrt:

„Arbeit und Fleiß,
Das sind die Flügel,
Sie führen über Strom und Hügel.“

Du bist uns immer, so lange wir Dich kennen — und wir kennen Dich seit fast 40 Jahren — ein Vorbild der Pflichttreue und Arbeit gewesen, versehen mit frohem Mut und festem Willen, der sich sein Schicksal selbst schafft und sein Schiff des Glückes selbst zimmert. Das weiß jeder, der Dich kennt. Das wird nie und nimmer vergessen werden.

So sollst Du uns Vorbild bleiben. Hier an Deinem Sarge wollen wir es geloben, in dieser traurigen Zeit des Tiefstandes unseres armen, zertretenen, aber darum von uns nicht minder geliebten deutschen Vaterlandes. Wir wollen feierlich versprechen, das zu tun, was allein uns wieder emporheben kann aus unserer Sorge und unserer Not: Dir nachzueifern in unermüdlicher, nie erlahmender und nie versagender harter, vom Pflichtbewußtsein getragener Arbeit und abermals Arbeit. Das allein wird uns auch über den Schmerz des Abschieds und der Trennung von Dir hinwegbringen.

So lebe denn wohl, liebster und treuester Freund, der Du besonders mir und meiner ganzen Familie so nahe standest. Wir haben mit der tief trauernden Gattin, den Kindern und Verwandten durch Deinen Hingang so unendlich viel verloren. So lange wir leben, so lange noch ein Blutstropfen in uns kreist, werden wir Dir die Liebe und Treue, die Du uns gewährt, halten.

„Treue um Treue.“

Berlin, 12./6. 1920.

* * *

Der Vorsitzende des Vereins deutscher Chemiker sandte anläßlich des Trauerfalles ein Beileids-Telegramm an die Familie v. Böttinger; an die Farbenfabriken vorm. Friedrich Bayer & Co. schickte er folgende Drahtung:

Farbenfabriken Leverkusen/Rhein.

Der Verein deutscher Chemiker beklagt tief den Verlust seines hochverehrten Mitglieds, der der Industrie und Wissenschaft ein hingebender Förderer war und auch durch seine Tätigkeit für Ihr Werk sich bleibende Verdienste erworben hat.

Dieh!

Beiträge zur Gewichtsanalyse XIII.

XVI. Bestimmung der Schwefelsäure.

(Dritte Abhandlung.)

Von L. W. WINKLER, Budapest.

(Forts. v. S. 160.)

Auf alle seine bisherigen Untersuchungen sich stützend, empfiehlt Verfasser, die Bestimmung der Schwefelsäure als Bariumsulfat in folgender Form anzuführen:

Enthält die Lösung nur Alkalisulfate oder Magnesiumsulfat, so wird die 100 ccm betragende, 0,10–0,01 g Schwefelsäure enthaltende, neutrale Lösung⁴⁾ mit 1,0 g Ammoniumchlorid und 1 ccm n. Salzsäure versetzt, dann in die Flüssigkeit ein viereckiges, 0,5 mm starkes Cadmiumblechstückchen von etwa 5 mm Seitenlänge gegeben. Die Lösung wird in einem 200 ccm fassenden, mit einem durchbohrten Uhrglase bedeckten Becherglase bis zum Sieden erhitzt und tropfenweise — ohne daß die Flüssigkeit aus dem Kochen kommt — mit 5 ccm „10% iger“ Bariumchloridlösung versetzt (vgl. Abschnitt II). Die niederschlaghaltige Flüssigkeit wird weiterhin einige Minuten lang in ruhigem Sieden erhalten. Vom Cadmium wird nur etwa 1 mg gelöst, da nach Entfernen des Becherglases von der Kochplatte die Wasserstoffentwicklung zum Stillstand kommt⁵⁾. Am anderen Tage sammelt man den Niederschlag auf einem gewogenen Wattebausch im Kelchtrichter und wäscht mit 25 ccm kaltem und ebensoviel heißem Wasser aus (vgl. Abschnitt I); das Cadmiumstückchen läßt man im Becherglas zurück. Der letzte Anteil des Waschwassers wird mit der Wasserstrahlpumpe abgesaugt. Das Gewicht des bei 130° getrockneten Niederschlags wird durch Hinzuzählen von a verbessert.

Hat man den geglähten Niederschlag gewogen, so wird a' hinzugezählt. Man arbeitet aber genauer, wenn man das Gewicht des getrockneten Niederschlags bestimmt.

Sind in der 100 ccm betragenden Lösung Alkalichloride reichlich zugegen, so müssen auch die weiter oben angegebenen, mit b bezeichneten Zahlen in Betracht genommen werden. Ist nur ein einziges Alkalichlorid zugegen, so wird zu dem Gewichte des getrockneten (t) oder geglähten Niederschlags (g) der Wert von a oder von a' und auch der von b hinzugezählt:

$$\text{BaSO}_4 = t + a + b;$$

$$\text{BaSO}_4 = g + a' + b.$$

Sind verschiedene Alkalichloride oder auch Magnesiumchlorid zugegen, so kommt deren Gesamtgewicht in Betracht, und die Werte von b werden der verhältnismäßigen Menge der einzelnen Salze entsprechend in Rechnung gesetzt.

Um in die erwähnten Verhältnisse einen näheren Einblick zu gewinnen, sollen einige Beleganalysen mitgeteilt werden. Von der annähernd 0,1-n. Schwefelsäure, die bei den früheren Versuchen (vgl. Abschnitt XV) benutzt wurde, gelangten Proben von je 25 ccm zur Abmessung, die mit Ammoniak gesättigt wurden. Zu der auf 100 ccm verdünnten Lösung wurde 1,0 g NH_4Cl und 1 ccm n. HCl gegeben und die Bestimmung in beschriebener Weise ausgeführt. Die übrigen Schwefelsäureproben wurden ebenso vorbereitet, jedoch in der Flüssigkeit auch noch Alkalichloride oder Magnesiumchlorid gelöst. Folgende Zahlenreihen enthalten einerseits die unmittelbaren Versuchsergebnisse, andererseits die verbesserten Zahlen:

	Versuchsergebnisse		Verbesserte Zahlen	
	t	g	t	g
1. Kein fremdes Salz	287,9	285,7 mg	289,6	289,8 mg
2. 2,5 g KCl und				
2,5 g NaCl . . .	284,8	282,4 „	289,5	289,5 „
3. 2,5 g KCl und				
2,5 g NH_4Cl . . .	285,2	282,6 „	289,0	288,8 „
4. 2,5 g NaCl und				
2,5 g NH_4Cl . . .	286,0	283,8 „	289,6	289,9 „
5. 2,5 g KCl und				
2,5 g MgCl_2 . . .	285,7	283,2 „	289,0	288,9 „
6. 2,5 g NaCl und				
2,5 g MgCl_2 . . .	286,4	284,1 „	289,5	289,6 „
7. 2,5 g NH_4Cl und				
2,5 g MgCl_2 . . .	287,2	285,4 „	289,4	290,0 „

⁴⁾ Ist die Lösung sauer, so wird sie mit Ammoniak, ist sie alkalisch, mit Salzsäure gesättigt (Ea. Methylorange). Hat sich hierdurch bereits wenigstens 1,0 g NH_4Cl gebildet, so wird man natürlich eigenst kein NH_3Cl mehr hinzufügen.

⁵⁾ Auch in anderen Fällen, wo die in Lösung gegangene geringe Cadmiummenge nicht stört, ist es vorteilhaft, mit Cadmium zu arbeiten, um beim Kochen das Stoßen der niederschlaghaltigen Flüssigkeit zu umgehen, so z. B. bei der Trennung des Calciums vom Magnesiums (Abschn. X).

	t	g	t	g
	Versuchsergebnisse		Verbesserte	Zahlen
8. 1,0 g KCl und 4,0 g NaCl . . .	285,1	282,4 mg	289,7	289,4 mg
9. 1,0 g KCl und 4,0 g NH ₄ Cl . .	286,0	283,6 „	289,1	289,1 „
10. 4,0 g KCl und 1,0 g NaCl . . .	284,2	281,4 „	289,0	288,6 „
11. 1,0 g NaCl und 4,0 g NH ₄ Cl . . .	286,0	283,7 „	289,1	289,2 „
12. 1,0 g KCl, 1,0 g NaCl, 2,0 g NH ₄ Cl und 1,0 MgCl ₂) .	286,3	283,4 „	289,6	289,0 „

Die Berechnungsweise soll an zwei Beispielen näher erörtert werden: Bei der Beleganalyse 8 enthielt die 100 ccm betragende Lösung zusammen 5,0 g fremdes Salz: 1,0 g KCl und 4,0 g NaCl. Für 5,0 g KCl beträgt $b = 3,2$ mg, für 1,0 g den 0,2 ten Teil = 0,64 mg. Für 5,0 g NaCl ist $b = 2,8$ mg, für 4,0 g = $2,8 \cdot 0,8 = 2,24$ mg. Die richtige Menge BaSO₄ berechnet sich also:

$$\text{BaSO}_4 = 285,1 + 1,7 + 0,64 + 2,24 = 289,7 \text{ mg};$$

$$\text{BaSO}_4 = 282,4 + 4,1 + 0,64 + 2,24 = 289,4 \text{ „}$$

Bei der Beleganalyse 6 waren wieder 5,0 g Salz zugegen: 2,5 g NaCl und 2,5 g MgCl₂. Der 0,5 te Teil von b für 5,0 g NaCl beträgt 1,4 mg, für 5,0 g MgCl₂ ist $b = 0$. Wir gelangen also zu diesen Zahlen:

$$\text{BaSO}_4 = 286,4 + 1,7 + 1,4 + 0,0 = 289,5 \text{ mg};$$

$$\text{BaSO}_4 = 284,1 + 4,1 + 1,4 + 0,0 = 289,6 \text{ „}$$

Wurde die 25 ccm betragende, auf 100 ccm verdünnte Schwefelsäureprobe nicht gesättigt und auch kein Ammoniumchlorid hinzugefügt, enthielt also die Lösung gar kein Salz, so war das Ergebnis für $t = 290,0$, für $g = 288,8$ mg; in diesem Falle sind also die angegebenen Verbesserungswerte ungültig. Wurde die auf 100 ccm verdünnte Schwefelsäure nicht gesättigt, aber 1,0 g NH₄Cl hinzugefügt, so betrug $t = 287,8$, $g = 286,1$ mg, welche Zahlen nach dem Multiplizieren mit 1,0060 oder 1,0129 (Mittel aus 1,0143 und 1,0115) zu einem ganz richtigen Ergebnis führen, nämlich zu 289,5 und 289,8 mg.

Zur Bestimmung der Schwefelsäure neben verhältnismäßig kleinen Mengen Zn, Cd, Cu, HgII, Al, MnII, FeII, Co oder Ni (Sulfate dieser Metalle und deren Doppelsalze mit Alkalisulfaten) wird eine Salzprobe von etwa 0,25 g in 100 ccm Wasser gelöst, 1,0 g NH₄Cl und 5 ccm n. HCl hinzugefügt, dann wie beschrieben verfahren. Das Ergebnis ist sehr genau, wenn man das Gewicht des Niederschlages durch Multiplizieren mit 1,0060 oder 1,0115, oder einfacher durch Hinzuzählen von a oder a' verbessert.

Sind neben der Schwefelsäure gleichzeitig Chloride der Metalle Zn, Cd, Cu, HgII, MnII, Co oder Ni reichlich zugegen, so wird eine höchstens 1,0 g betragende Salzprobe mit 1,0 g NH₄Cl in 10%iger Salzsäure gelöst und auf dem Dampfbade eingetrocknet. Der Rückstand wird mit 5 ccm n. HCl in 100 ccm Wasser gelöst; ist viel Eisenchlorid zugegen, so wird zur Lösung 0,5 g salzsaures Hydroxylamin hinzugefügt⁷⁾, sonst weniger. Es wurde z. B. bei Anwendung von 50 ccm K₂SO₄-Lösung, die auf 100 ccm verdünnt wurde, in Gegenwart von 1,0 FeCl₃, 5 ccm n.HCl, 1,0 g NH₄Cl und 0,5 g NH₂OH, HCl t zu 297,3, g zu 295,7 mg gefunden. In Gegenwart reichlicher Mengen Aluminiumchlorid wird die mit 1,0 g NH₄Cl versetzte salzsaure Lösung auf dem Dampfbade so weit eingeeengt, daß nach dem Erkalten der Rückstand zu einem dünnen Krystallbrei erstarrt, welcher ohne Salzsäurezusatz in 100 ccm Wasser gelöst wird. Das Ergebnis ist in diesen Fällen zufriedenstellend, wenn man mit 1,0060 oder 1,0115 multipliziert.

Die Hauptstörung verursacht bei der Schwefelsäurebestimmung das Calcium, ferner stören Cr und PO₄. Wie man neben diesen die Schwefelsäure bestimmt, darauf gedenkt Verfasser in einer eigenen Abhandlung zurückzukommen; die Untersuchungen sind bereits im Gange.

Zum besonderen Danke bin ich Herrn cand. ph. E. Schulek verbunden, der bei den vorliegenden Untersuchungen tatkräftig mitwirkte.

Zusammenfassung. Die gewichtsanalytische Bestimmung der Schwefelsäure als Bariumsulfat führt nach der gewöhnlich befolgten Arbeitsweise zu ungenauen Werten. Die Genauigkeit kann in entsprechenden Fällen auf das 10 fache gesteigert werden, wenn man das in vorliegender Abhandlung beschriebene Verfahren benutzt und die angegebenen Verbesserungswerte anwendet.

Art. 29.

⁶⁾ Es möge bemerkt werden, daß 1 g NH₄Cl, der Vorschrift gemäß, in jedem Falle zugegen war. Die angegebenen Zahlen bedeuten die über 1 g hinzugefügte Menge. Auch bei den Verbesserungswerten b für Ammoniumchlorid bedeuten die Zahlen das über 1,0 g Ammoniumchlorid hinzugefügte Salz.

⁷⁾ Vgl. Angew. Chem. 30, I, 281 [1917].

Zur Normierung der chemischen Glasgeräte.

Berichte der Fachgruppe für chemisches Apparateswesen.

Von FRITZ FRIEDRICHS.

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

(Fortsetzung von S. 159.)

8. Gasentwicklungsapparate.

Eine eingehende Zusammenstellung der bisherigen Konstruktionen erübrigt sich, da Schuyten¹⁴⁾ in seiner Arbeit: „Über Schwefelwasserstoff- und Wasserstoffentwicklungsapparate“, 124 Typen systematisch behandelt hat, und seit dieser Zeit keine wesentlichen Neuverschlüsse veröffentlicht sind.

Stationäre Apparate z. B. Zentral-Gaserzeuger zur Versorgung ganzer analytischer Laboratorien mit Schwefelwasserstoff können unschwer aus den im Handel befindlichen Woulffschen und Mariotteschen Flaschen zusammengesetzt werden, bedürfen also keiner speziellen Normierung. Von der großen Zahl der transportablen Apparate hat nur der Kippsche Apparat in seiner ursprünglichen Form allgemeine Verwendung gefunden, weshalb auch nur dieser als Normalform in Betracht kommen kann. Einfache Apparate, wie der von Burgemeister und Heumann, können ohne besondere Anforderungen an das Glasbläserische Geschick mit den Hilfsmitteln jedes Laboratoriums zusammengestellt werden.

Die Kippschen Apparate werden in drei verschiedenen Formen hergestellt. Bei den ältesten Formen hat das untere Gefäß Kugelform und, an dieses angesetzt, einen kegelförmigen Fuß. Das untere Gefäß der zweiten Form ist zylindrisch mit dicht angelegtem Fuß. Bei der dritten Form ist das unterste Gefäß kegelförmig und dient zugleich als Fuß. Während die älteste Form kaum noch Verwendung findet und auch zerbrechlicher ist wie die übrigen, ist die zweite die vorherrschende geblieben, trotz der größeren Stabilität der dritten Form. Vermutlich, weil sich die scharfen Kanten der Kegelform schwerer reinigen lassen, wie die stumpferen des Zylinders. Ich bringe daher die zweite, zylindrische Form als Normalform in Vorschlag (Fig. 44).

Bisher sind sämtliche Kippschen Apparate mit Tubus am unteren Gefäß angefertigt worden. Dieser Tubus soll den Zweck haben, den Apparat leichter entleeren und reinigen zu können. Das Entleeren geschieht jedoch sauberer mittels eines Hebers, den man durch die oberste Kugel bis zum Boden des Apparates führt, das Reinigen leichter mittels Bürste durch den Hals des Apparates. Der Tubus am unteren Gefäß ist also zwecklos, zumal er doch meist festsetzt oder leckt.

Die Beschickung des Apparates mit Marmor, Schwefeleisen oder Zink erfolgt bisher durch den Hals des Apparates nach Abnahme der Niveaueugel. Außer der Unbequemlichkeit, den Apparat auseinandernehmen zu müssen, besteht noch die Gefahr, den Schliff zu verkratzen. Deshalb schlage ich vor, den Gasentnahmetubus der mittleren Kugel zu erweitern und mit Kork oder Gummistopfen zu verschließen (vgl. Fig. 44). Die Erweiterung des Tubus der mittleren Kugel hat ferner noch den Vorteil, daß der Gassack am oberen Ende der Kugel verkleinert, die Luft also schneller und sicherer verdrängt wird. Die Mehrkosten des weiteren Tubus werden durch Wegfall des unteren Tubus ausgeglichen.

Zwischen den beiden unteren Gefäßen besteht ein Rohr zum Halten des Marmors usw. eingeschliften (vgl. Fig. 44) und mit Löchern zum Abfluß der Säure versehen. Meiner Erfahrung nach ist dieses Rohr entbehrlich und wird einfacher und billiger durch eine gelochte Platte von Gummi, Bleiblech oder Kork ersetzt.

Das sogenannte Sicherheitsrohr auf der Niveaueugel ist zwecklos und kann erspart werden.

Die Kippschen Apparate werden in 5 Größen zu $\frac{1}{4}$, $\frac{1}{2}$, 1, 2 und 4 l angefertigt, drei Größen zu $\frac{1}{2}$, 1 und 2 l genügen allen Ansprüchen.

Für Aufstellung der Maße ist zu beachten, daß die oberste Kugel die gesamte Säure des Apparates fassen kann, damit ein Überlaufen unter allen Umständen vermieden wird. In dieser Hinsicht sind viele Apparate des Handels nahezu unbrauchbar.

¹⁴⁾ Schuyten, Zeitschr. Chem. Apparatenkunde 3, 233, 257, 281 [1908].

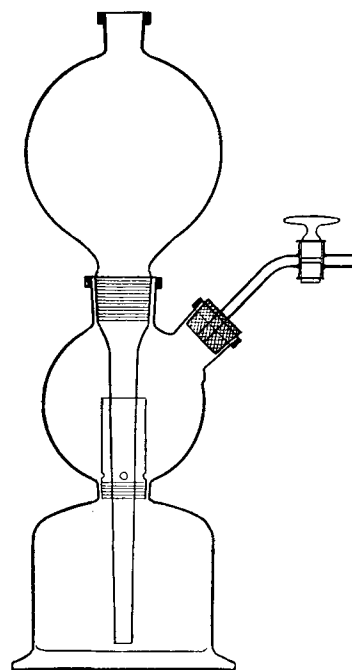


Fig. 44.