

		<i>t</i>	<i>g</i>	<i>t</i>	<i>g</i>
		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 g MgCl ₂ ⁶⁾ .	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, Hg^{II}, Al, Mn^{II}, Fe^{II}, 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 Niederschlags 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, Hg^{II}, Mn^{II}, 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 Salzsäure s. Hydroxylamin hinzugefügt⁷⁾, sonst weniger. Es wurde z. B. bei Anwendung von 50 ccm K₂SO₄-lösung, die auf 100 cm verdünnt wurde, in Gegenwart von 1,0 g 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 salzsäure Lösung auf dem Dampfbade so weit eingeengt, 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 zuverlässig, 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 10fache gesteigert werden, wenn man das in vorliegender Abhandlung beschriebene Verfahren benutzt und die angegebenen Verbesserungswerte anwendet.

Art. 29.

⁶⁾ Es möge beinerkt 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 Apparatenwesen.

Von FRITZ FRIEDRICH.

(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 Neuvorschläge veröffentlicht sind.

Stationäre Apparate z. B. Zentral-Gaserzeuger zur Versorgung ganzer analytischer Laboratorien mit Schwefelwasserstoff können unschwer aus den im Handel befindlichen Wulffschen und Mariottischen Flaschen zusammengesetzt werden, bedürfen also keiner speziellen Normierung. Von der großen Zahl der transportablen Apparate hat nur der Kippische 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 Kippischen Apparate werden in drei verschiedenen Formen hergestellt. Bei den ältesten Formen hat das untere Gefäß kugelförmig 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 stumpfen des Zylinders. Ich bringe daher die zweite, zylindrische Form als Normalform in Vorschlag (Fig. 44).

Bisher sind sämtliche Kippischen 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 feststeht oder leckt.

Die Beschickung des Apparates mit Marmor, Schwefeleisen oder Zink erfolgt bisher durch den Hals des Apparates nach Abnahme der Niveaumkugel. 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 ist meist ein Rohr zum Halten des Marmors usw. eingeschliffen (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 Niveaumkugel ist zwecklos und kann erspart werden.

Die Kippischen 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].

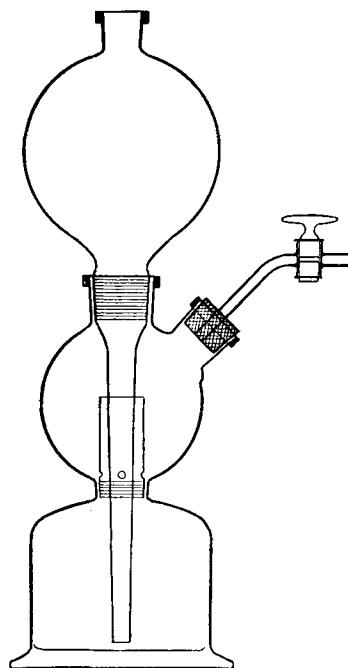


Fig. 44.

Der Gasentnahmetubus soll in einem Winkel von 45° (5°) zur Hauptachse des Apparates aufgesetzt sein. Seine Weite soll bei allen Größen 28 (1) mm betragen. Der Hahn (2 mm Bohrung) soll entsprechend gebogen sein, so daß der freie Schenkel 8 (1) mm Durchmesser horizontal in einer Höhe von 270 (1) mm verläuft. Dann ist es möglich, Waschflaschen ohne weitere Hilfsmittel Glas an Glas anzuschließen.

Folgende Tabelle gibt eine Zusammenstellung der den einzelnen Größen entsprechenden Maße (in mm):

Größen	I	II	III
Durchmesser des Niveaumugel-gefäßes	130 (10)	160 (10)	200 (10)
Durchmesser der mittleren Kugel	100 (10)	130 (10)	170 (10)
Durchmesser des unteren Ge-fäßes	120 (10)	140 (10)	180 (10)
Höhe des unteren Gefäßes	60 (10)	80 (10)	100 (10)
Halsweite des mittleren Gefäßes	28 (1)	28 (1)	28 (1)
Halsweite der Niveaumugel	23 (1)	23 (1)	23 (1)
Tubusweite	28 (1)	28 (1)	28 (1)

Als Material für Gasentwicklungsapparate genügt ein weiches Apparatenglas. In den meisten Fabriken wurde für Kippische Apparate, Exsiccatoren usw. ein Spezialglas geschmolzen, welches außer hoher Plastizität, des gefälligen Aussehens der Apparate wegen möglichst farblos und lichtbrechend gehalten wurde. Die Not der Zeit hat jedoch diese Ansprüche zurückzustellen gelehrt.

Die Toleranzen sind wie üblich den Maßen in Klammern beigefügt.

9. Absorptionsgeräte.

Absorptionsgeräte dienen zur Trennung von Gasgemischen durch Absorption eines Teiles, entweder um den anderen zu reinigen oder den ersten analytisch zu bestimmen. Je nach Aggregatzustand des Absorptionsmittels werden Absorptionsgeräte für Flüssigkeiten und für feste Stoffe unterschieden.

Absorptionsgeräte für Flüssigkeiten.

Die experimentellen Vorarbeiten zur Normierung der Absorptionsgeräte sind im hiesigen Laboratorium ausgeführt und hier¹⁵⁾ veröffentlicht worden. Ich kann mich deshalb mit einem Hinweis auf diese Arbeiten, die auch die einzelnen Konstruktionen systematisch und kritisch behandeln, begnügen. Entsprechend ihrer Verwendung teilt man diese Geräte in drei Gruppen.

1. Gaswaschflaschen (keine nachherige Verwendung der Lösung).

2. Analytische Absorptionsapparate und Absorptionsvorlagen (Bestimmung des absorbierten Anteiles durch Gewichtsanalyse oder Titrimetrie der Lösung).

3. Kaliapparate (Bestimmung des absorbierten Anteiles direkt durch Gewichtszunahme des Apparates).

Gaswaschflaschen.

Als Normalformen bringe ich auf Grund obenerwähntter Arbeiten die Woullfischen Flaschen, die Gaswaschflaschen nach Drechsel und Münccke und die Schraubenwaschflasche in Vorschlag.

Die für die Normierung wichtigsten Maße sind: die ganze Höhe der Waschflaschen, um sie ohne Verwendung von Klötzchen usw. Glas an Glas hintereinanderschalten zu können und der gleiche Durchmesser der Schlauchansätze. Als Normalhöhe schlage ich 270 mm, als Durchschnitt der bisher üblichen Maße, vor. Sie ist bei allen Waschflaschen mit Ausnahme der Woullfischen Flaschen über 1 l Inhalt, die sonst unverhältnismäßig breit ausfallen würden, durchführbar. Als Durchmesser der Schlauchansätze kommt von der hierfür früher aufgestellten Normaltafel das Mittelmaß 8 mm in Anwendung.

Die Woullfischen Flaschen werden mit 2 und 3 Hälsen angefertigt. Ich glaube, die dreihalsige Form allein kann allen Ansprüchen gerecht werden. Der Tubus am Boden, der zum Ablassen der gesättigten Lösung, z. B. Schwefelwasserstoffwasser, dienen soll, ist nur bei Größen über 2 l von Bedeutung.

Die Woullfischen Flaschen existieren in 10 Größen. Mit nur 4 Größen, wie sie in der folgenden Tabelle zusammengestellt sind, wäre gut auszukommen. Die diesen Größen entsprechenden Maße sind die folgenden:

Größen . . .	I	II	III	IV
Inhalt . . .	750 (75)	1500 (150)	5000 (500)	6000 (600) ccm
Höhe ohne				
Hals . . .	130 (10)	160 (10)	200 (10)	240 (10) mm
Durchmesser .	90 (5)	110 (5)	140 (5)	180 (5) mm
Halsweiten .	18 (1)	23 (1)	23 (1)	28 (1) mm
Mit Tubus am Boden .				
Inhalt . . .	—	—	3000 (300)	6000 (600) ccm
Tubusweite .	—	—	23 (1)	23 (1) ccm

Sonst gleiche Maße wie ohne Tubus.

¹⁵⁾ J. Friedrichs, Angew. Chem. 32, 129 [1919]; F. Friedrichs, Angew. Chem. 32, 252 [1919].

Die Woullfischen Flaschen sollten nur mit ausgebohrten Tuben in den Handel gelangen.

Die Drechsel'sche Waschflasche wird bisher in einer hohen und einer niedrigen Form zu je 7 Größen hergestellt. Ich halte eine derartige Mannigfaltigkeit nicht für gerechtfertigt, zumal nach dem Ergebnis meiner Versuche¹⁶⁾ die Schichthöhe nur von sehr geringem Einfluß auf das Absorptionsvermögen ist. Aus Gründen der Stabilität muß die kleinste Form mit einem Fuß versehen werden. Als Normalgrößen halte ich die in Fig. 45 dargestellten von 200, 500 und 1500 ccm für vollkommen ausreichend. Die Maße sind in folgender Tabelle zusammengestellt:

Die Kugel im Ableitungsrohr der Drechsel'schen Waschflasche ist zwecklos und kann wegfallen. Auch die Kugel im Einleitungsrohr ist nicht unbedingt erforderlich, da sie ja doch nicht genügt, um das ganze Absorptionsmittel beim Rücksteigen aufzunehmen.

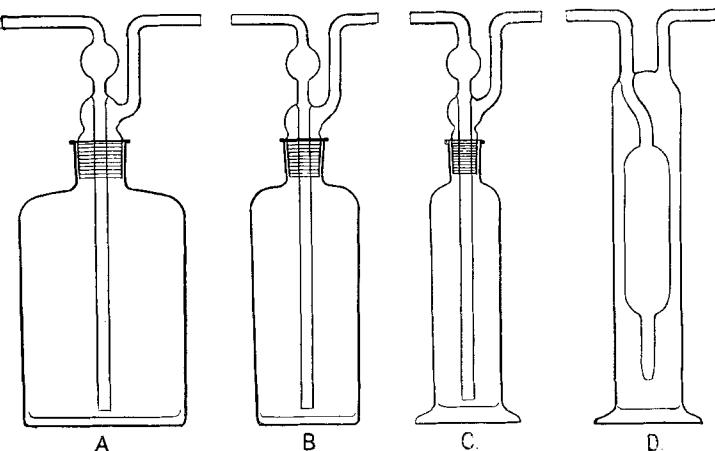


Fig. 45.

Die Waschflasche nach Münccke (Fig. 45 D) ist wegen ihrer Einfachheit und des großen Fassungsvermögens ihres Einleitungsrohrs als Normalform aufgenommen. Die Anfertigung in nur einer Größe nach den in der Tabelle aufgestellten Maßen genügt.

Als dritte Form für Entfernung schwer absorbierbarer Gase schlage ich die Schraubenwaschflasche (Fig. 46) in einer Größe mit den in der Tabelle angegebenen Maßen vor.

Größen . . .	Drechsel			Münccke	Schrauben-
	I (C)	II (B)	III (A)	D	waschflasche
Inhalt . . .	200 (20)	500 (50)	1500 (150)	300 (30)	100 (10) ccm
Ganze Höhe . . .	270 (1)	270 (1)	270 (1)	270 (1)	270 (1), mm
Flaschenhöhe . . .	190 (2)	190 (2)	190 (2)	230 (2)	220 (2), mm
Durchmesser . . .	50 (2)	70 (2)	120 (2)	45 (2)	40 (1), mm
Halslänge . . .	30 (1)	30 (1)	30 (1)	—	15 (1), mm
Halsweite . . .	18 (1)	23 (1)	28 (1)	—	18 (1), mm
Schlauchansätze .	8 (1)	8 (1)	8 (1)	8 (1)	8 (1), mm

Die Schlauchanschlüsse der Waschflaschen sollen 10 mm den größten Durchmesser überragen.

Als Material genügt ein weiches Apparatenglas. Die Toleranzen sind den Maßen in Klammern beigefügt.

Analytische Absorptionsapparate.

Die für analytische Zwecke gebrauchten Absorptionsapparate sind die folgenden: das Pettenkofer'sche Rohr, die Winklersche Schlange, das Lungesche Zehnkugelrohr und die Schraubenwaschflasche. Da jeder dieser Apparate für spezielle Zwecke ausgedehnte Verwendung findet, werden alle vier als Normalformen bestehen müssen.

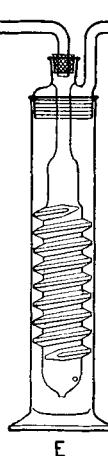


Fig. 46.

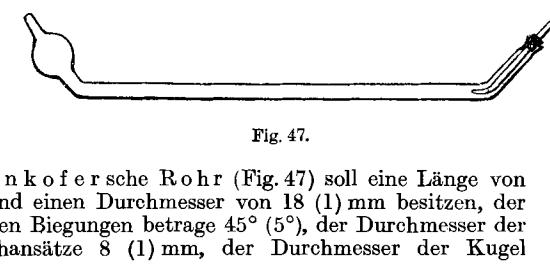


Fig. 47.

Das Pettenkofer'sche Rohr (Fig. 47) soll eine Länge von 1500 (10) mm und einen Durchmesser von 18 (1) mm besitzen, der Winkel der beiden Biegungen betrage 45° (5°), der Durchmesser der beiden Schlauchansätze 8 (1) mm, der Durchmesser der Kugel 50 (2) mm.

Die Winklersche Schlange (Fig. 48) ist in drei Größen gebräuchlich. Ich glaube, eine Größe wird genügen. Winkler

¹⁶⁾ F. Friedrichs, Angew. Chem. 32, 256 [1919].

hat selbst¹⁷⁾ genaue Maße seines Apparates gegeben, die ich hier, den Grundnormen angepaßt, wiederhole. Durchmesser der Schlauchansätze 8 (1) mm, Durchmesser der ersten Kugel 35 (2) mm, Weite des Schlangenrohres 22 (1) mm, Durchmesser der zweiten Kugel 60 (2) mm, Durchmesser der Schraube 200 (5) mm Ganghöhe 85 (3) Millimeter.

Das *Lungesche Zehnkugelrohr* (Fig. 49) hat gewöhnlich die folgenden Dimensionen, die auch ohne weiteres als Normen angenommen werden können. Gesamtlänge 650 (107) mm, Halsweite 18 (1) mm, Durchmesser der großen Kugel 80 (2) mm, Inhalt derselben 200 (20) ml, Neigungswinkel des Kugelrohres 20° (5°), Kugeldurchmesser 45 (1) mm, Schlauchansatz 8 (1) mm.

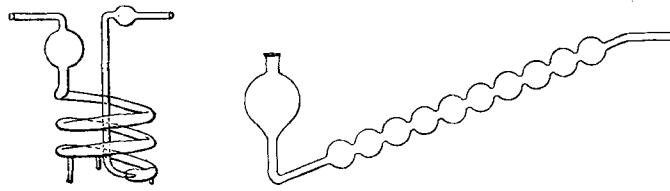


Fig. 48.

Fig. 49.

Die *Schraubenwaschflasche* für analytische Zwecke ist die gleiche wie die oben dargestellte (Fig. 46).

Absorptionsvorlagen werden in Gestalt des *Wöhler-Peligotschen Rohres* und der *Volhard-Freseniuschen Vorlage* verwendet, die wohl beide als Normalformen gelten müssen.

Das *Wöhler-Peligotsche Rohr* (Fig. 50) wird in fünf verschiedenen Größen angefertigt. Ich bin der Ansicht, daß 3 Größen allen Anforderungen genügen. Die Maße sind in folgender Tabelle zusammengestellt:

Größen	I	II	III
Ganze Höhe	10 (2)	130 (2)	180 (2) mm
Schenkellänge	80 (2)	100 (2)	150 (2) mm
Halsweite	13 (1)	18 (1)	23 (1) mm
Durchmesser der großen Kugel	25 (2)	30 (2)	40 (2) mm
Durchmesser der kleinen Kugel	20 (2)	20 (2)	25 (2) mm

Die *Vorlage nach Volhard-Fresenius* ist in vier verschiedenen Modifikationen gebräuchlich. Ich halte die Ausführung von *Wagner* (Fig. 51) für die zweckmäßigste, da sie leichter aus-

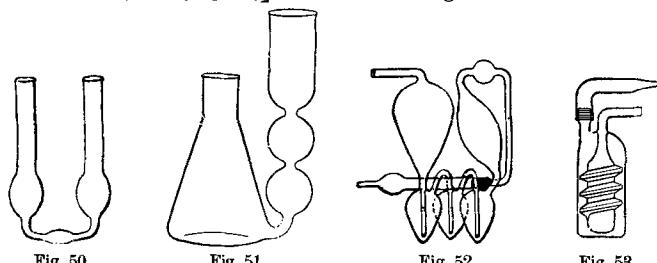


Fig. 50.

Fig. 51.

Fig. 52.

Fig. 53.

gespült werden kann. Für die Form des Kolbens setze ich die Maße der *Normal-Erlenmeyerkolben* ein, obgleich sie nicht ganz den bisher üblichen Dimensionen entspricht. Die Halsweiten seien 23 (1) mm, der Inhalt des Kolbens 200 (10) cm, die Höhe des Kolbens 125 (5) mm, der größte Durchmesser des Kolbens 75 (2) mm, der Durchmesser der Kugeln 40 (1) und 45 (1) mm.

Als *Absorptionsvorlage* kann auch die *Schraubenwaschflasche* mit Vorteil Verwendung finden, da das große Fassungsvermögen des Einleitungsrohres ein Zurücksteigen der Flüssigkeit verhindert, auch wenn größere Mengen Wasser überdestilliert sind.

Als Material für analytische *Absorptionsgeräte* kann nur ein hartes Apparatenglas Verwendung finden; *Absorptionsvorlagen* sollten, da in ihnen warme wässrige Lösungen oft von alkalischer Reaktion mit Glas in Berührung kommen, ausschließlich aus resistenten Glasarten hergestellt werden.

Die Toleranzen sind wie immer in Klammern beigefügt.

Kaliapparate

Auf Grund der eingangs erwähnten Arbeiten bringe ich als Normalformen den Apparat von *Geißler* und den *Schraubenkalialapparat* in Vorschlag.

Die wichtigste Norm für diese Apparate ist das Gewicht, welches, da die Empfindlichkeit der Wäge vom Gewicht abhängig ist, möglichst gering sein soll. Der *Apparat nach Geißler* (Fig. 52) soll ein Leergewicht von 35 g, der *Schraubenkalialapparat* (Fig. 53) von 25 g nicht überschreiten. Als Maß für Schlauchansätze findet das Maß 5,5 (1) mm der Normenstaffel Anwendung¹⁸⁾. Durchmesser und Länge des ersten Gefäßes des *Geißlerschen Appa-*

¹⁷⁾ Winkler, Lehrbuch der technischen Gasanalyse 1901, S. 135.

¹⁸⁾ Die Normenstaffel für Schlauchansätze 5, 5,8 und 12 mm kommt den bisherigen Verhältnissen näher, wie die früher angegebene 6, 8 und 11 mm, weshalb ich die letztere vorgezogen habe.

rates seien 40 (2) und 70 (2), des zweiten, dritten und vierten Gefäßes 25 (1) und 40 (2), des fünften Gefäßes 30 (2) und 60 (2), des sechsten Gefäßes 15 (2) und 15 (2). Das *Chlorcalciumrohr* wird der Stabilität halber am besten tief angeordnet (Fig. 52). Es soll nach Versuchen im hiesigen Laboratorium¹⁹⁾ eine Länge von 40 (2) mm und eine Weite von 6 (1) mm besitzen und durch *Schliff* mit dem Apparat verbunden sein. Der *Schraubenkalialapparat* hat folgende Dimensionen: 30 (1) mm Durchmesser, 60 (2) mm Höhe.

Als Material für Kaliapparate kommt hartes Apparatenglas in Betracht. Bei Verwendung minderwertiger Gläser kann die temporäre Wasserhaut die Wägung stören. Apparate aus dem weichen Glas der Christbaumschmuckindustrie sind zu verwerfen, da dieses Material der starken Kaliwäsche gegenüber nicht genügend widerstandsfähig ist und einen Bruch auf der Wäge möglich macht.

Die Toleranzen sind die Maße in Klammern beigefügt.

Absorptionsapparate für feste Stoffe

Zu den *Absorptionsapparaten* für feste Absorptionsmittel zählen die *Trockentürme* und die *Chlorcalciumröhren*. Die Apparate, die mit Perlen und einem flüssigen Absorptionsmittel gefüllt werden, sind identisch mit den für feste Absorptionsmittel. Je nach den Zwecken, denen die Apparate dienen sollen, unterscheidet man, analog den Apparaten für Flüssigkeiten, Apparate, die nur den Zweck haben, ein Gas zu reinigen ohne Bestimmung des absorbierten Anteils und Apparate zur Bestimmung des absorbierten Anteils durch Gewichtsanalyse oder Titrimetrie der Lösung oder direkt durch Gewichtszunahme des Apparates.

Gasreinigungsapparate

Als Gasreinigungsapparate finden *Trockentürme* und *Chlorcalciumröhre* Verwendung.

Trockentürme werden in zwei verschiedenen Formen angefertigt, mit *Schliff* und mit *Stopfenverschluß* (Fig. 54), beide Formen

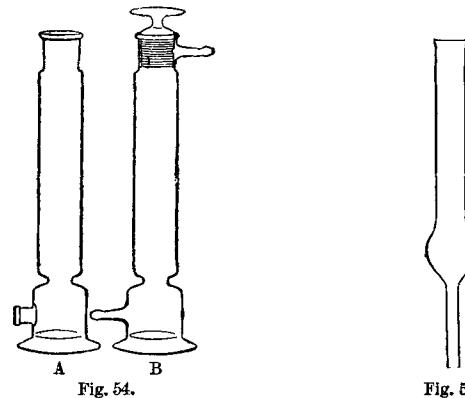


Fig. 54.

Fig. 55.

men in 8 Größen. Ich schlage vor, die kleineren, die fast ausschließlich mit *Chlorcalcium* oder *Natronkalk* verwendet werden, nur mit *Schliff*, die größeren dagegen nur mit *Stopfenverbindung* zu versehen, da letztere häufig als *Rieseltürme* Verwendung finden, und Zu- und Ablauf des Absorptionsmittels eingebaut werden müssen. An Stelle der 8 Größen sind vier vollkommen ausreichend. Die Maße gibt folgende Tabelle:

Größen	I	II	III	IV
Höhe	240 (5)	315 (5)	420 (5)	500 (5) mm
Halsweite	23 (1)	23 (1)	38 (1)	43 (1) mm
Durchmesser	40 (2)	45 (2)	55 (2)	75 (2) mm
Tubusweite	—	—	28 (1)	28 (1) mm
Schlauchansätze	8 (1)	8 (1)	—	—

Größen I und II mit *Schliffstopfen* (Fig. 54 B), Größen III und IV ohne Stopfen, für *Korkverschluß*, ausgebohrt und mit *Tubus* an Stelle des unteren Schlauchansatzes (Fig. 54 A).

Die Weite der Einschnürung soll 2 mm kleiner sein wie die geringste Halsweite, damit gelochte Porzellanplatten zum Halten des Absorptionsmittels eingeführt werden können.

Von den *Chlorcalciumröhren* kommen die in Fig. 55 dargestellte einfache Form und größere U-Rohre für diesen Zweck in Anwendung. Von den *Chlorcalciumröhren* bringe ich nur eins von 150 (5) mm Länge und 18 (1) mm Weite in Vorschlag. Das enge Endrohr soll 50 (2) mm lang sein und einen Durchmesser von 8 (1) mm besitzen. Als U-Rohr genügt eine Größe von 260 (10) mm Höhe und 23 (1) mm Halsweite mit seitlichen Ansatzrohren von 8 (1) mm Durchmesser und 50 (2) mm Länge. Der Verschluß der offenen Enden erfolgt durch *Kork- oder Gummistopfen*, dem die Hälse anzupassen sind. Die Wandstärke soll nicht schwächer als 1 mm sein, um die Röhre weniger zerbrechlich zu machen.

Analytische Absorptionsapparate für feste Absorptionsmittel

Als analytischer *Rieselturm* findet der Apparat von *Lebedur* für *Schwefelbestimmung* Verwendung, die beschränkte Anwendung

¹⁹⁾ J. Friedrichs, Angew. Chem. 32, 363 [1919].

scheint mir jedoch nicht die Aufnahme als Normalform zu rechtfertigen.

Wichtiger sind die Apparate zur direkten Bestimmung des absorbierten Gasteiles aus der Gewichtszunahme des Apparates. Von der großen Menge der vorgeschlagenen Konstruktionen halte ich nur die in Fig. 56—60 dargestellten Apparate für Normalformen geeignet. Da die Röhre gewogen werden, ist die Ausführung so leicht als möglich zu wählen, ohne den Apparat aber auch zu zerbrechlich zu machen. Sämtliche Schlauchansätze sollen den gleichen Durchmesser wie die der Kaliapparate 5,5 (0,5) mm besitzen.

Das Chlorcalciumrohr von Fresenius (Fig. 56) soll 13 (1) mm weit und 140 (3) mm hoch sein. Beide Enden sollen sich zweckmäßigerweise im Gegensatz zu der bisher üblichen Form in gleicher Höhe befinden. Das Ansatzrohr am Eintrittsende des Apparates muß eine Länge von 60 (2) mm besitzen, um es leicht mit dem Verbrennungsrohr verbinden zu können, und damit sich zur Schonung des Chlorcalciums ein großer Teil des Wassers schon hier kondensiert und im Tropfenfänger angesammelt wird. Der Tropfenfänger soll einen Durchmesser von 15 (1) mm haben. Maximalgewicht 30 g.

Ferner sind U-Rohre, deren offene Enden nach Füllung abgeschmolzen werden (Fig. 57), viel im Gebrauch und sehr praktisch.

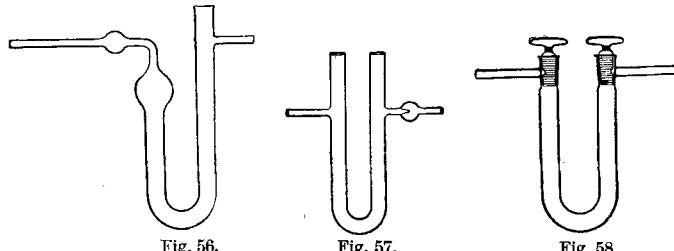


Fig. 56.

Fig. 57.

Fig. 58.

Die Höhe soll 200 (2) mm, ihre Weite 13 (1) mm betragen. Die Höhe des Ansatzes der Seitenrohre betrage 100 (2) mm, ihre Durchmesser 5 (1) mm. Der Eintrittsschenkel ist mit einem Tropfenfänger mit eingeschmolzener Spitze und 15 (1) mm Durchmesser versehen. Das Eintrittsrohr soll den Tropfenfänger aus obengeschilderten Gründen um (60 (2) mm überragen. Als Länge des Austrittsrohres genügen 30 (2) mm. Maximalgewicht 30 g.

U-Rohre mit Hahnstopfen (Fig. 58) ersparen die Gummiverbindung, sie sind in 5 Größen gebräuchlich, mit 3 Größen ist bequem auszukommen.

Größen	I	II	III
Höhe	80 (2)	100 (2)	150 (2) mm
Weite	9 (1)	12 (1)	16 (1) mm
Länge der Ansatzrohre . . .	40 (2)	40 (2)	40 (2) mm
Schlauchansätze	5,5 (1)	5,5 (1)	8 (1) mm
Maximalgewicht	20	35	50 g

Zur Füllung mit Glasperlen und einem flüssigen Absorptionsmittel halte ich das Wöhler-Peligot'sche Rohr mit Hahnstopfen nach Reischauer in folgenden Dimensionen für sehr praktisch. Höhe 150 (2) mm, Weite 16 (1) mm, Schlauchansätze 40 (2) mm lang, 5,5 (1) mm Durchmesser (Fig. 59).

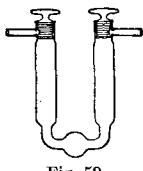


Fig. 59.

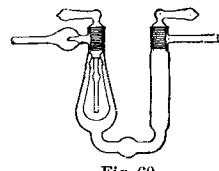


Fig. 60.

Zur Bestimmung absoluter Feuchtigkeitswerte dient das Trockenrohr von Schmidt für Füllung mit konz. Schwefelsäure und Phosphorpentoxyd. Seine Höhe beträgt 80 (2) mm, seine Halsweite 18 (1) mm. Der linke Schenkel soll mindestens 2 ccm Schwefelsäure aufnehmen können (Fig. 60).

Die Griffe der Hahnstopfen sollen die Stellung des Hahnes klar erkennen lassen. Bei einarmigen Griffen (Fig. 60) ist dies ohne weiteres der Fall, bei zweiarmligen (Fig. 58 und 59) soll der über dem Loch stehende Hebelarm durch einen schwarzen Glaspunkt markiert sein. Einarmige Griffen sind meiner Ansicht nach den zweiarmligen vorzuziehen.

10. Exsiccatoren.

Exsiccatoren dienen zur Entfernung einer flüchtigen Komponente aus einem System mittels eines zweiten Systems mit der gleichen flüchtigen Komponente, aber niedrigerer Tension durch isothermische Destillation. Dieser Austausch des Lösungsmittels zwischen zwei Systemen geschied entweder in einer Gasatmosphäre oder im Vakuum. Bei Anwendung einer Gasatmosphäre sättigt sich das Gas, z. B. Luft, mit der flüchtigeren Komponente, z. B. Wasser, steigt dann dank seiner geringeren Dichte hoch und gibt seine Feuch-

tigkeit an das System niedrigerer Tension, das Trockenmittel, dessen Tension entsprechend, ab. Hierdurch steigt wieder seine Dichte, es sinkt herab, und das Spiel beginnt von neuem. Parallel mit diesem Vorgang verläuft ein zweiter, die Diffusion des Wasserdampfes durch die Gasatmosphäre. Die Geschwindigkeit der Diffusion ist abhängig von der Dichte des Gases, also umgekehrt proportional dem Druck. Nach dieser Überlegung ist es ohne weiteres klar, daß Exsiccatoren, bei welchen sich das Trockenmittel über der zu trocknenden Substanz befindet (Hempel), unter Atmosphärendruck schneller arbeiten, wie solche, bei welchen die Anordnung eine umgekehrte ist. Im Vakuum dagegen ist die Diffusion vorherrschend, die Anordnung des Trockenmittels daher ziemlich gleichgültig.

Je nach dem Zweck unterscheidet man Exsiccatoren für analytischen und präparativen Gebrauch. Die Exsiccatoren für analytische Zwecke, z. B. zum Abkühlen geglühter Tiegel vor der Wägung, sollen klein und handlich sein, da sie vor jeder Wägung vom Laboratorium zum Wägezimmer getragen werden müssen. Bei Exsiccatoren, die nur präparativen Zwecken dienen und oft stationär aufgestellt sind, spielt Handlichkeit eine untergeordnete Rolle. Für analytische Zwecke ist unstreitig der Exsiccator nach Scheibler (Fig. 61 und 62) der geeignete. Der Nachteil, daß, wenn der Tiegel zu heiß eingebracht wird, die sich ausdehnende Luft den Deckel leicht zum Abgleiten bringen kann, wird durch Öffnen des Hahnes oder besser nach Treadwell²⁰ durch Aufsetzen eines Chlorcalciumrohres an Stelle des Hahnes sicher vermieden. Die Beibehaltung des Exsiccators nach Fresenius, der diesen Nachteil vermeidet, aber nur noch verhältnismäßig selten angefertigt wird, erscheint mir daher nicht gerechtfertigt. Während es sich bei Exsiccatoren für analytische Zwecke nur darum handelt, einen Tiegel oder ein anderes Gerät trocken zu halten, steht die Wasserentziehung

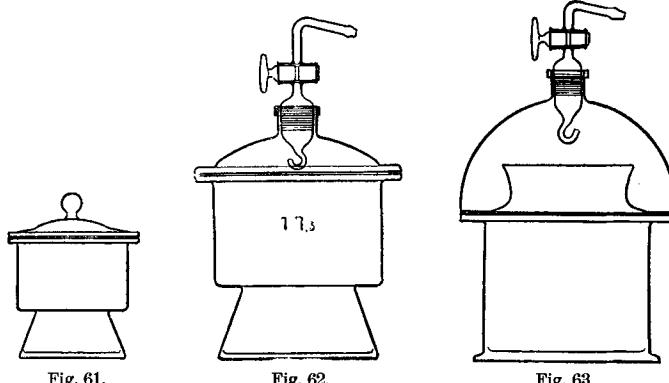


Fig. 61.

Fig. 62.

Fig. 63.

bei den anderen Exsiccatoren im Vordergrund, weshalb dieselben stets als Vakuumexsiccatoren, also mit Hahn, ausgestattet werden sollten. Der Exsiccator nach Fröhling und Schulz ist entbehrlich, da er nur unwesentlich vom Scheibler'schen Apparat abweicht. Der Hempel'sche Exsiccator wird in zwei Formen hergestellt, ich glaube, die eine Form, bei welcher Deckel und Behälter für das Trockenmittel vereinigt sind, genügt vollauf, zumal die andere mit besonderem Einsatz teurer und zerbrechlicher ist. Die Exsiccatoren in Glockenform werden kaum noch angefertigt und können auch leicht aus einer Glocke und einer plangeschliffenen Glasplatte selbst zusammengesetzt werden, bedürfen also keiner speziellen Normierung. Der Scheibler'sche Exsiccator trägt bei einer Form den Tubus auf dem Deckel, bei der anderen an der Seite des Gefäßes. Ich halte die Anordnung am Deckel für praktischer, da hier der Hahn gegen seitlichen Stoß besser geschützt ist. Da der Hahn den Apparat nicht unwesentlich verteuert, glaube ich, die kleinste Nummer des Scheibler'schen Exsiccators auch mit einfacherem Knopfdeckel (Fig. 61) beibehalten zu müssen. Der untere Schenkel des Hahnes (2 mm Bohrung) soll hakenförmig nach oben umgebogen sein, damit beim Einlassen von Luft die zu trocknende Substanz nicht verstaut wird. Der obere Schenkel wird ungefähr in einem Winkel von 30° nach unten gebogen, um die Verbindung mit der Vakuumleitung zu erleichtern. Als Einsätze dienen Porzellanplatten oder selbstgefertigte Drahtgestelle. Als Normalformen sollen die Exsiccatoren nach Scheibler und Hempel gelten.

Die Exsiccatoren nach Scheibler sind in 6 Größen gebräuchlich, mit drei Größen von 100, 150 und 250 mm Weite ist gut auszukommen. Für den Hempel'schen Exsiccator (Fig. 63) genügt eine Größe von 150 mm Weite an Stelle der drei bisher üblichen. Der Tubus soll bei allen Größen eine Weite von 18 (1) mm haben. Die übrigen Maße gibt folgende Tabelle.

Größen	I	II	III	Hempel
Weite	100 (10)	150 (10)	250 (10)	150 (10) mm
Höhe des Gefäßes	100 (10)	150 (10)	250 (10)	150 (10) mm
Höhe des Fußes .	40 (10)	60 (10)	100 (10)	— mm

²⁰ Treadwell, Lehrbuch der anal. Ch. 1911, S. 20.

Größe I in zwei Ausführungen mit Hahn und mit Knopfdeckel, die übrigen Größen nur mit Hahn.

Bei den Scheiblerschen Exsiccatooren, vor allem bei größeren Weiten ist auf eine gute Wölbung der Deckel und nicht zu geringe Wandstärke desselben (nicht unter 8 mm) zu achten, damit sie, evakuiert, dem auf ihnen lastenden Atmosphärendruck sicher widerstehen können.

Von verschiedenen Seiten ist versucht worden²¹⁾, die Geschwindigkeit der Trocknung durch Einbau einer elektrischen Heizplatte zu steigern. Hierbei ist jedoch zu bedenken, daß auch das Trockenmittel mitgeheizt, seine Tension erhöht und damit die Trockenwirkung entsprechend vermindert wird. Bei Verwendung von Schwefelsäure als Trockenmittel kann eine Heizung durch Auftreten saurer Dämpfe sogar schädlich wirken. Durch entsprechende Kühlung des Trockenmittels könnten diese Nachteile vermieden werden, die Apparatur wird jedoch so kompliziert, daß man besser tut, von der Verwendung eines Exsiccators überhaupt Abstand zu nehmen und für größere Substanzmengen die gebräuchlichen einfacheren Vakuumverdampfapparate zu verwenden. Für kleinere Substanzmengen, vor allem bei analytischen Arbeiten hat sich nebenstehend abgebildeter Apparat (Fig. 64) sehr bewährt, weshalb ich nicht versäumen

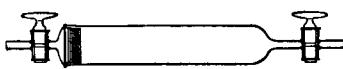


Fig. 64.

möchte, denselben der Normierung zu unterwerfen. Im Gegensatz zu den bisher besprochenen Exsiccatooren befinden sich Trockenmittel und zu trocknende Substanz hier nicht im gleichen Raum. Die Trocknung erfolgt durch einen in entsprechenden Absorptionsapparaten getrockneten Gasstrom, der durch den Apparat geleitet wird. Der Apparat kann daher in einem Trockenschrank erhitzt, und so die Trocknung wesentlich beschleunigt werden. Als weiterer Vorteil des Apparates ist hervorzuheben, daß die Trocknung unter Luftabschluß in jeder beliebigen Gasatmosphäre erfolgen kann. Der Apparat wird in zwei Größen hergestellt, die wohl auch beide beibehalten werden können. Der Hahn am Unterteil soll nicht zu dicht am Boden sitzen, sondern in 30 mm Entfernung, damit das ganze weite Rohr bis dicht unter den Schliff leichter im Trockenschrank untergebracht werden kann. Die Bohrung der Hähne betrage bei allen Größen 2 (0,5) mm, der Durchmesser der Schlauchansätze 8 (1) Millimeter. Die Dimensionen der beiden Größen sind folgende:

Größen	I	II
Weite	40 (2)	60 (2) mm
Länge bis zum Schliff	200 (5)	300 (5) mm

Als Material für Exsiccatooren genügt ein weiches Apparatenglas. Die Toleranzen sind wie bisher in Klammern beigefügt.

11. Apparate zur Kohlensäurebestimmung.

Die Bestimmung der Kohlensäure erfolgt gewichtsanalytisch oder volumetrisch.

Zur gewichtsanalytischen Bestimmung wird entweder das ausgetriebene Kohlendioxid in einem Absorptionsapparat absorbiert und gewogen, oder aber es wird der Gewichtsverlust bestimmt, den die Substanz durch das Austreiben erleidet.

Die Apparatur der ersten Methode (Clasen) kann aus den schon normierten Apparaten wie Kolben, Fülltrichter, Kühler, Chlorcalciumrohren und Kaliapparaten ohne weiteres zusammengestellt werden.

Für Substanzen, bei denen Wasser und Kohlendioxid durch Erhitzen auf verschiedene Temperaturen getrennt bestimmt werden können, ist eine besondere Apparatur nicht erforderlich. Ist das Austreiben des Kohlendioxids durch Hitze wegen des geringen Dissoziationsdruckes des Carbonates oder des Hydrates nicht möglich, so muß das Austreiben durch eine Säure geschehen. Zur Bestimmung der Kohlensäure aus dem Gewichtsverlust ist eine große Anzahl von Apparaten konstruiert worden. Säurebehälter, Reaktionsraum und Trockenrohr sind zu einem Apparat vereinigt, welcher der Wägung halber möglichst leicht sein soll. Da das Kohlendioxid vor der zweiten Wägung durch einen Luftstrom verdrängt werden muß, soll die Trocknung der Luft vor dem Apparate mit dem gleichen Trockenmittel erfolgen, mit welchem das Trockenrohr desselben beschickt ist. Aus früher geschilderten Gründen²²⁾ ist Chlorcalcium, welches einen konstanteren Wassergehalt der Luft gewährleistet wie Schwefelsäure, dieser vorzuziehen. Wenn trotzdem meist Schwefelsäure vorgezogen wird, so liegt das wohl daran, daß die Schwefelsäure schneller und bequemer erneuert werden kann.

Von der großen Zahl der existierenden Formen schlage ich die von Bunsen und Schröder als Normalformen vor, welche auch die gebräuchlichsten sind. Der Apparat nach Bunsen²³⁾

²¹⁾ Stähler, Handbuch der Arbeitsmethoden der anorgan. Chemie 1919, II, S. 410.

²²⁾ F. Friedrichs, Angew. Chem. 33, 388 [1920].

²³⁾ Treadwell, Lehrbuch der analytischen Chemie.

besitzt den Vorteil der größeren Einfachheit und der Trocknung durch Chlorcalcium, sein Nachteil besteht in dem Mangel an Standfestigkeit. Schröder verwendet bei seinem recht standfesten Apparat Schwefelsäure als Trockenmittel.

Die Maße des Apparates nach Bunsen (Fig. 65) sind die folgenden: Inhalt des Kölbchens 75 (10) ccm, Durchmesser der Kugel in der Säurepipette 20 (2) mm, Durchmesser der Kugel zwischen Kölbchen und Trockenrohr 15 (2) mm, Länge des Trockenrohres 40 (2) mm, Schlauchanschlüsse 5 (1) mm, Maximalgewicht 40 g.

Die Maße des Schröder'schen Apparates (Fig. 66) sind die folgenden: Inhalt des Reaktionsraumes 75 (10) ccm, Maße des Säuregefäßes 40 (2) × 20 (2) mm, der Trockenröhre 50 (2) × 24 (2) mm, Hahnbohrung 1,5 (0,5) mm, Tubusweiten 8 (1) mm, Schlauchanschlüsse 5 (1) mm, Maximalgewicht 40 g.

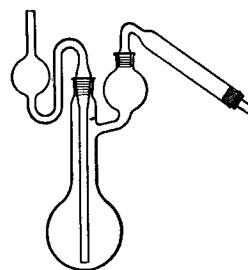


Fig. 65.

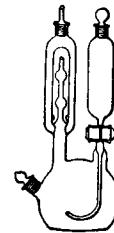


Fig. 66.

Die gasvolumetrischen Methoden können ebenfalls in zwei Gruppen eingeteilt werden, die erste, bei welcher die Volumervermehrung nach Auslösen der Reaktion gemessen wird, die zweite bei der der Kohlendioxidgehalt des Gases gasanalytisch bestimmt wird.

Die erste Methode hat dank ihrer Schnelligkeit für technische Analysen weite Verbreitung gefunden, sie erreicht jedoch nicht die Genauigkeit der zweiten. Die Substanz wird in das Reaktionsgefäß eingewogen, die Säure getrennt von der Substanz in ein Röhrchen eingeführt, welches bei der gebräuchlichsten Ausführung (Wagner) am Boden des Reaktionsgefäßes festgeschmolzen ist (Fig. 67). Nach Zusammensetzen des Apparates wird die Reaktion durch Kippen des Reaktionsgefäßes ausgelöst. Zum Messen der Volumervermehrung dient ein Nitrometer nach Lunge oder eine Hempele Burette mit Quecksilber als Sperrflüssigkeit, für genauere Messungen mit Kompensationsröhren. An Stelle des Quecksilbers verwendet Bauer Petroleum, Scheibler Wasser. Wegen der großen Löslichkeit des Kohlendioxys in Wasser schaltet Scheibler eine Gummimembran zwischen Reaktionsraum und Meßgefäß,

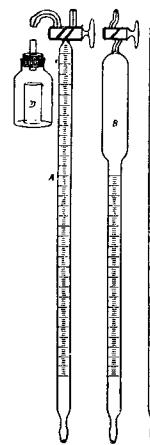


Fig. 67.

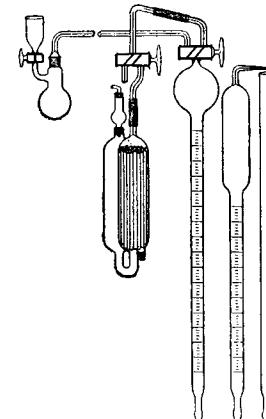


Fig. 68.

welche wenigstens für kurze Zeit das Kohlendioxid vom Wasser fernhält. Der tote Raum des Apparates wird allerdings hierdurch ganz wesentlich vermehrt und somit der Apparat für Schwankungen der Zimmertemperatur empfindlicher. Alle diese Methoden haben wegen der Löslichkeit des Kohlendioxys in der Säure nur relativen Wert, immerhin können sie durch Verwendung eines Korrektionsfaktors geringeren Ansprüchen genügen. Als Normalapparate bringe ich die Apparate von Hempele und Lunge in Vorschlag.

Da Nitrometer und Gasbüretten unter Meßgeräten behandelt werden sollen, bleibt bei den Apparaten nach Lunge und Hempele nur das Reaktionsgefäß nach Wagner zu normieren, welches in folgenden Dimensionen hergestellt wird: Durchmesser 50 (2) mm, Höhe 60 (2) mm, Halsweite 28 (1) mm, Höhe des Säuregefäßes 40 (2) Millimeter, Durchmesser desselben 20 (2) mm.

Die exakte gasvolumetrische Methode ist zweifellos die von Lunge und Marlewski²⁴⁾, welche durch Kochen und Wasser-

²⁴⁾ Angew. Chem. 4, 229 [1891].

stoffentwicklung im Reaktionsgefäß das Kohlendioxyd vollständig in das Meßgefäß überführen und gasanalytisch bestimmen (Fig. 68). Als Meßgefäß dient ein *Lungesches Nitrometer*, als Absorptionsgefäß eine Gaspipette, als Reaktionsgefäß ein angeschliffenes Kölbchen mit Fülltrichter und den folgenden Maßen: Inhalt 50 (10) mm, Halsweite 18 (1) mm, Maße der Capillare 5,5 (0,5) mm Durchmesser, 1,5 (0,5) mm Weite.

Die titrimetrische Bestimmung der Kohlensäure bedarf keiner besonderen Apparatur.

Als Material für diese Apparate genügt ein hartes Apparateglas. Die Toleranzen sind in Klammern beigegeben.

12. Verbindungsstücke.

Die Verbindung zwischen zwei Apparaten erfolgt durch Schlauch, Stopfen, Schliff oder Zusammenschweißen des Glases.

Die Dimensionen der Schlauchverbindungen sind schon früher festgelegt worden und bedürfen, wenn sie gleichen Durchmesser haben, keiner Erläuterung. Sollen Schlauchansätze verschiedener Durchmesser verbunden werden, so ist es erforderlich, Verbindungsstücke einzuschalten, die den Übergang von weiteren auf engeren Durchmesser vermitteln. Da nur drei verschiedene Schlauchmaße 5,5, 8 und 12 mm in Betracht kommen, genügen auch drei Größen der Verbindungsstücke mit den folgenden Dimensionen:

Größen	I	II	III
Weites Ende . . .	8 (1)	12 (1)	12 (1) mm Durchm.
Enges Ende . . .	5,5 (1)	5,5 (1)	8 (1) „ „
Ganze Länge . . .	100 (10)	100 (10)	100 (10) „ „

Dem Übergang von einem weiten Stopfenmaß auf ein engeres dienen die Vorstöße. Dieselben werden gerade oder in einem Winkel von 110 (5)° gekrümmt angefertigt, letzteres um das Gefälle der Kühler (20°) zu kompensieren. Der Übergang soll so erfolgen, daß das Destillat glatt ablaufen kann. Den Halsweiten entsprechend, sind die folgenden Maße erforderlich:

Größen	I	II	III	IV	V	VI
Stopfen- weite . . .	18 (1)	23 (1)	28 (1)	38 (1)	48 (1)	58 (1) mm
Verengt auf						
Durchm.	8 (1)	8 (1)	8 (1)	12 (1)	12 (1)	12 (1) mm
Ganze Länge	200 (10)	200 (10)	200 (10)	300 (10)	400 (10)	400 (10) mm

Die Größen I—III Lampenarbeit, die übrigen Hüttenarbeit.

Schliffstücke vermeiden Gummi, haben aber den Nachteil, daß jedes Schliffpaar aufeinander eingeschliffen werden muß, die Schliffstücke also nicht beliebig vertauscht werden können. Normalschliffe

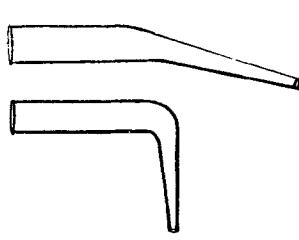


Fig. 69.

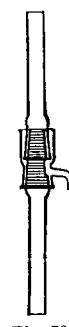


Fig. 70.

haben sich wegen technischer Schwierigkeiten noch nicht einführen können und werden wohl auch nie die Zuverlässigkeit der jetzt gebräuchlichen Schliffe erreichen. Für Arbeiten im Hochvakuum kann es erforderlich sein, die Schliffe mit Quecksilber zu sichern. Die günstigste Form ist meiner Ansicht nach ein aufgeschliffenes Quecksilbergefäß, (Fig. 70), welches nach einer Drehung das Quecksilber durch ein Seitenrohr ablaufen läßt. Die Größe der Schliffstücke richtet sich nach dem Durchmesser der Schenkel, für welche wieder die Schlauchmaße bestimmt sein sollen.

Größen	I	II	III
Durchmesser	5,5 (1)	8 (1)	12 (1) mm

Alle diese Größen sollen mit und ohne Quecksilberdichtung hergestellt werden. Das Quecksilbergefäß soll 10 (3) mm weiter sein wie der Durchmesser der Schenkel. Für capillare Verbindungen [5,5 (1) mm Durchmesser, 1,5 (0,5) mm Weite] dient ein capillares Schliffstück. Quecksilberdichtungen sind bei capillaren Verbindungen nicht gebräuchlich, da sie im Bedarfsfalle leicht durch Überschieben eines weiteren Glasrohres mit Stopfen selbst hergestellt werden können. Um eine Lockerung der Verbindung zu vermeiden, werden die capillaren Schliffstücke mit Häckchen versehen, in welche Federn eingehängt werden können. Bei anderen Schliffstücken ist die Gefahr des Lockerns gering. Die Schenkel sollen eine Länge von 100 (10) mm haben.

Das Zusammenschweißen der Apparatenteile ist unstreitig die zuverlässige Verbindung. Mit Hilfe eines kleinen Handgebläses

sind derartige Verbindungen leicht herzustellen und sollten ausgedehntere Verwendung finden. Vorbedingung ist natürlich ein gleichartiges Glas der zu verbindenden Apparatenteile. Durch Einbau von Glasfedern kann die Apparatur überraschend elastisch und beweglich gestaltet werden.

Zur Verzweigung eines Gas- oder Flüssigkeitsstromes in zwei Arme finden T- und Y-Stücke Verwendung, und zwar auch hier für jede Schlauchnorm eine Größe.

Größen	I	II	III
Durchmesser	5,5 (1)	8 (1)	12 (1) mm

Außerdem je eine Größe für Capillarverzweigungen. Die Schenkel der Verzweigungsstücke sollen 50 (10) mm lang sein.

Als Material für die Verbindungsstücke genügt ein hartes Apparateglas. Schliffstücke sind jedoch auch ganz und teilweise aus resistentem Glase anzufertigen, um ihre Enden mit Apparaten aus diesem Glase verbinden zu können. Sie bilden den besten Weg, um zwei Apparate aus verschiedenem Glase ohne Gummi zu verbinden.

Zur druckfesten Verbindung von Metall und Glas, z. B. Wasserleitung und Wasserstrahlpumpe, will ich noch auf eine vom Verfasser veröffentlichte²⁵⁾ Anschlußmuffe (Fig. 71) ihrer Einfachheit halber hinweisen, obgleich sie eigentlich nicht zu den Glasgeräten gehört. Sie wird für Gewinde von $\frac{1}{8}$, $\frac{1}{4}$ und $\frac{3}{4}$ " hergestellt. Die Toleranzen sind in Klammern beigegeben.

Die Toleranzen sind in Klammern beigegeben.

13. Wägegläser.

Wägegläser dienen als Behälter zum Wägen von Substanzen. Sie sollen möglichst leicht sein, um die Empfindlichkeit der Wage nicht zu stark herabzusetzen. Sie werden in 17 verschiedenen Formen hergestellt, von denen die zylindrische mit flachem Boden die gebräuchlichste ist. Eine Verengung des Halses ist nur bei ganz weiten Größen (über 50 mm) vorteilhaft, da größere Schliffe wesentlich teurer und unzuverlässiger sind. Der Stopfen soll, um Gewicht zu sparen, bei Weiten über 30 mm unten offen sein. Die 17 Formen werden in zusammen 55 Größen hergestellt. Ich glaube, 6 Größen mit folgenden Maßen können allen Ansprüchen genügen.

Höhe 30 (5) mm; Größe I Durchmesser 60 (5) mm; Halsweite 50 (5) mm.

Höhe 50 (5) mm; Halsweite gleich Durchmesser.

Größe II Durchmesser 20 (2) mm.

Größe III Durchmesser 30 (2) mm.

Größe IV Durchmesser 40 (2) mm.

Höhe 80 (5) mm; Halsweite gleich Durchmesser.

Größe V Durchmesser 10 (2) mm.

Größe VI Durchmesser 40 (2) mm.

Maximalgewichte der verschiedenen Größen.

I	II	III	IV	V	VI
50	10	20	30	6	50 g

Größen II und V mit geschlossenem Stopfen, alle übrigen mit offenem.

Zum Wägen von Schiffchen ist eine weitere Form erforderlich, die um ein Rollen und Umschlagen des Schiffchens zu vermeiden, mit zwei Füßchen versehen ist. Die Maße dieser Form sind die folgenden: Länge 100 (5) mm, Durchmesser 20 (2) mm, Maximalgewicht 15 g. (Fig. 72.)

Für Wägungen von Flüssigkeiten eignet sich am besten die Wägepipette nach *Lunges-Rey* (Fig. 73) in den folgenden Dimensionen: Länge und Weite des Gefäßes 700 (5) und 12 (2) mm, Durchmesser der Kugel 25 (2) mm, Bohrung der Hähne 1,5 (0,5) mm, Maximalgewicht 30 g.

Als Material für Wägegläser soll nur ein hartes Apparateglas Verwendung finden, um Verzögerungen bei der Wägung durch die temporäre Wasserauflauf einzuschränken.

Die Toleranzen sind den Maßen in Klammern zugesetzt.

14. Reagensgläser.

Reagensgläser dienen zur Ausführung qualitativer Fällungs- und Färbungsreaktionen. Sie werden bisher in 15 verschiedenen Größen angefertigt. Mit 3 Größen ist gut auszukommen.

Größen	I	II	III
Länge	100 (10)	150 (10)	200 (10) mm
Weite	15 (2)	20 (2)	25 (2) mm

Als Material kommt gewöhnlich ein hartes Apparateglas in Betracht, für spezielle Zwecke sollen jedoch auch Reagensgläser aus chemisch und thermisch-widerstandsfähigen Gläsern, sowie schwer-schmelzbaren Gläsern angefertigt werden.

Die Toleranzen geben die Zahlen in Klammern.

²⁵⁾ Angew. Chem. 32, 208 [1919].