

solange er in absoluter Zählung nicht mindestens halb so hoch ist als der Anfangsdruck  $p_1$ . Dies läßt sich an der Bendemannschen Anordnung der Fig. 5 zeigen. Es werde durch sie Dampf unter dem abs. Drucke  $p_1$  hindurchgeschickt. Der Gegendruck  $p_2$  kann durch das Ventil II reichlich erhöht werden; er vermindert die Dampfmenge aber erst, wenn er den halben Betrag von  $p_1$  übersteigt. Ein solcher Zustand läßt sich durch die Wahl der Meßblenden oft vermeiden; ihr freier Querschnitt braucht nämlich im Verhältnis zum Querschnitt des Dampfrohres nur eng genug zu sein. Die gleiche Dampfmenge findet auch hinter der verengten Blende oder Mündung, wenn sich sonst nichts ändert, den gleichen Gegendruck, hat aber einen höheren Anfangsdruck nötig;  $p_2:p_1$  wird dadurch kleiner. In den Fällen jedoch, in denen eine solche Maßnahme nicht möglich ist und  $p_2:p_1$  sehr hoch bleibt, läßt sich der Einfluß dieser Beziehung auf die strömende Dampfmenge aus der Kurve b der Fig. 2 leicht berechnen. Der Ausflußfaktor z, den die Kurve wiedergibt, hat den genannten Wert 20,31, solange  $p_2:p_1$  nicht größer ist als 0,57. Andernfalls vermindert sich der Ausflußfaktor auf die aus der Kurve b ersichtlichen Beträge und im gleichen Verhältnis die die Blende durchströmende Dampfmenge.

### 1. Beispiel.

Druck vor der Blende . . . . .	5,00	at abs.
Druck hinter der Blende bis $5 \times 0,57 =$ . . . . .	2,85	" "
$p_2:p_1$ bis . . . . .	0,57	
Ausflußfaktor . . . . .	20,31	
Minutliche Dampfmenge auf jeden cm <sup>2</sup> freien Blendendquerschnitt, wie oben angegeben . . . . .	4,41	kg

### 2. Beispiel.

Druck vor der Blende . . . . .	5,00	at abs.
Druck hinter der Blende beispielsweise . . . . .	4,00	" "
$p_2:p_1 = 4,0:5,0 =$ . . . . .	0,80	
Ausflußfaktor, aus der Kurve ersichtlich . . . . .	16,70	
Minutliche Dampfmenge auf jeden cm <sup>2</sup> freien Blendendquerschnitt $4,41 \cdot \frac{16,7}{20,31} =$ . . . . .	3,63	kg.

Bendemann (l. c.) erwähnt, daß der Ausflußfaktor mit abnehmendem Anfangsdruck etwas ansteigt und beschränkt seine Werte auf das Gebiet zwischen 3 und 10 at abs. Anfangsdruck. Man begeht in vielen Fällen keinen wesentlichen Fehler, wenn man die Kurve des Ausflußfaktors auch noch für einen Anfangsdruck von 2 at abs. (= 1 at Überdruck) gelten läßt.

Nach den angestellten Beobachtungen darf die Dampfmessung durch enge Blenden offenbar als recht genau bezeichnet werden. Sie ist auch bequem und fast kostenlos anzustellen. Ihre Brauchbarkeit ist nur an Dampfmaschinen fraglich, weil hierbei mit Rücksicht auf den Wirkungsgrad der Maschine der Dampf einen hohen Druck haben und zur Messung möglichst wenig abgedrosselt werden sollte.

[A. 104.]

## Über die Anwendung der Kleemannschen Aufschließungsmethode im Brauereilaboratorium.

Von F. UTZ, München.

(Eingeg. 25.4. 1923.)

Unter der vorstehenden Überschrift veröffentlicht R. Heuss in dieser Zeitschrift 36, 218 [1923], eine Arbeit, in der er über die Bestimmung des Stickstoffgehaltes in Gerste berichtet. Er bedient sich dazu zum Aufschließen einer konzentrierten Schwefelsäure und starken Wasserstoffperoxydes, über deren Anwendung für den gleichen Zweck Kleemann anlässlich der Hauptversammlung landwirtschaftlicher Versuchsstationen in Hamburg am 9. September 1921<sup>1)</sup> berichtet hatte. In der erwähnten Arbeit von Heuss wird das angegebene Verfahren als „Kleemannsche Aufschließungsmethode“ bezeichnet. Das ist unrichtig, da das gleiche Verfahren schon im Jahre 1910 von W. Migault<sup>2)</sup> veröffentlicht und beschrieben worden ist. Jedenfalls ist aber ihre Anwendung noch viel älter; denn auf Grund eines Referates über den Vortrag von Kleemann in Hamburg in der Chemiker-Zeitung erschien in letzterer Zeitschrift eine Nachricht von Ed. Justin-Müller<sup>3)</sup>, wonach er bereits im Frühjahr 1915<sup>4)</sup> bei der Bestimmung des Gesamtstickstoffes in diabetischem Harn Wasserstoffperoxyd zum Verhindern des Schäumens angewendet

<sup>1)</sup> Siehe auch diese Zeitschr. 34, 625 [1921].

<sup>2)</sup> Chem.-Ztg. 34, 337 [1910].

<sup>3)</sup> Chem.-Ztg. 46, 8 [1922].

<sup>4)</sup> Journ. Pharm. Chim. 1915, 7. Reihe, Bd. 11 S. 171.

habe. Der schaumerzeugende Zucker würde durch diesen Zusatz vor dem eigentlichen Zersetzungssprozesse oxydiert. Allgemein hat jedoch Migault das Verfahren zum Aufschließen bei der Stickstoffbestimmung empfohlen und dessen Ausführung beschrieben. Man kann demnach nicht wohl von einem „Kleemannschen Aufschließungsmethode“ sprechen; richtiger wäre es als „Migaultsches Verfahren der Stickstoffbestimmung“ zu bezeichnen.

Anfügen möchte ich noch, daß Kleemann am 15. September 1921 beim Reichspatentamt ein Patent nachgesucht hat für ein „Verfahren zur Verbrennung pflanzlicher sowie tierischer Stoffe unter Anwendung eines Gemisches von Schwefelsäure und Wasserstoffperoxyd“. Die Erteilung des nachgesuchten Patentes ist aber auf meinen Einspruch hin vom Reichspatentamt versagt worden mit der Begründung, daß „das beanspruchte Verfahren gegenüber der im Utzischen Einspruch angeführten Veröffentlichung in der Chemiker-Zeitung Bd. 34/1910 Seite 337 neue patentfähige Merkmale nicht aufweist.“

Herrn Dr. Heuss habe ich in einem persönlichen Schreiben auf die irrtümliche Bezeichnung aufmerksam gemacht und ihm anheimgegeben, die Bezeichnung entsprechend richtigzustellen; er hat dies aber abgelehnt mit der Begründung, daß er es für richtiger halte, wenn ich die Richtigstellung veranlassen würde, wie das wohl auch sonst üblich sei. Nach meinen nunmehr über 25 Jahren sich erstreckenden Erfahrungen ist allerdings eine etwa als notwendig erkannte Richtigstellung in den meisten Fällen durch den Verfasser der betreffenden Veröffentlichung erfolgt.

Endlich möchte ich noch bemerken, daß das Verfahren von Migault von mir in den letzten Jahren zur Bestimmung von Stickstoff in allen möglichen Substanzen, Blut, Harn, Leder, Leim, Gelatine, Wolle, Rößhaar, Mehl, Kasein, Bier usw., dann überhaupt zur Zerstörung der organischen Stoffe behufs Nachweises von Metallen, wie Arsen in Wein, Salvarsan und dessen Präparaten usw. praktisch verwendet wurde und noch verwendet wird. Hierüber habe ich in verschiedenen Artikeln in der Fachpresse berichtet; zum Teil steht die Veröffentlichung noch aus, ist aber in der nächsten Zeit zu erwarten.

[A. 94.]

## Neue Apparate.

### Ein neuer Mikrobombenofen.

Von Dr. O. Wagner.

Mitteilung aus dem Chemischen Staatsinstitut, Hamburg.

In der heutigen Zeit schwerer wirtschaftlicher Krisis muß das Bestreben eines jeden Analytikers auf die größte Wirtschaftlichkeit seiner Methoden gerichtet sein. Die mikroanalytischen Arbeitsmethoden gestalten nun eine weitgehende Verminderung des Material- und Gasverbrauchs.

Eine Lücke bestand bis jetzt bei Mikrohalogen- und Mikroschwefelbestimmungen. Die elegante Methode von Pregl-Schwinger mit dem Perlenrohr ist leider nicht universell anwendbar, da eine Reihe von Substanzen, besonders bei hohem Halogengehalt, unzersetzt über die Platinsterne hinwegdestilliert. Der Gedanke einer Verkleinerung der Cariusmethode ist an sich nicht neu. Pregl verbrennt Substanzen in 20 cm langen Bomben, benutzt jedoch meines Wissens einen Makroofen. Die Benutzung von Bädern hochsiedender Flüssigkeiten schließt eine Gefahr in sich, die besser vermieden werden sollte.

Basierend auf dem Vorschlage von I. C. Donau<sup>1)</sup> gelang es mir, einen betriebstechnisch und wirtschaftlich einwandfreien Ofen zu konstruieren, s. Fig. 1.

An Stelle des von Donau benutzten Kupferblocks trat ein solcher aus Messing, welches den Vorteil leichterer Bearbeitung und daher niedrigerer Fabrikationskosten hat.

Vier zentrale Bohrungen von 18–20 mm Weite und 12–15 cm Tiefe sind für die Aufnahme der unten beschriebenen Mikrobomben bestimmt. Der Boden des Bohrloches wird zweckmäßig mit etwas Asbest bedeckt, um eine direkte Berührung von Glas und Metall zu vermeiden. Eine fünfte Bohrung nimmt das Thermometer auf. Ein durch 3 Messingbänder gehaltener Mantel aus 4 mm starker Asbestpappe setzt den Wärmeverlust durch Strahlung auf ein Minimum herab, so daß die 5 cm hohe Flamme eines gewöhnlichen Bunsenbrenners zur Erzielung der benötigten Temperatur von 300–360° genügt. Die drei an den Messingblock geschraubten Füße sorgen, an den Enden wieder miteinander verbunden, für einen stabilen Stand des Ofens, der auf jedem Arbeitstisch aufgestellt werden kann.

Als Bomben finden 10 cm lange und 10–12 mm weite Glasrohre aus Jenaer Glas, welche an einem Ende geschlossen sind, Verwendung.

<sup>1)</sup> M. 33, 169 [1921].