

Die Verdünnung der alkoholischen Jodlösung mit Wasser ohne Kaliumjodidzusatz verursacht bei Gegenwart des Öles überhaupt keine störende Jodausscheidung und beim Leerversuch, wo eine solche anfangs eintritt, verschwindet sie im Laufe der Titration.

4. Infolge Abwesenheit eines Fettlösungsmittels gestaltet sich die Titration des Jodüberschusses, die bei anderen Methoden ein öfteres starkes Schütteln zwecks Ausbringung des Jods aus dem Chloroform oder Tetrachlorkohlenstoff erfordert, angenehmer und rascher.

6. Die Methode läßt sich sofort nach Ansetzung der Jodlösung und binnen kurzer Zeit ohne eine durch notwendige Einwirkungsdauer verursachte längere Unterbrechung durchführen.

7. Die Arbeitsweise gestattet auch die in anderen Fällen, z. B. in essigsauren Lösungen nicht ausführbare Bestimmung der bei der Reaktion entstandenen Halogenwasserstoffsäure und ermöglicht, da die Säurebildung stets 50 % des Jodverbrauches beträgt, dadurch gleichzeitig eine Kontrolle der Jodzahlbestimmung.

8. Die nach der Methode mit Jod allein erhältlichen Jodzahlen stimmen mit den Hüblschen, die als Standardzahlen in der Literatur Eingang gefunden haben und daher stets zum Vergleich herangezogen werden, gut überein.

[A. 77.]

Neue Apparate.

Einfacher Apparat für Arsenbestimmungen.

Von Dipl.-Ing. Richard Hünerbein.

Mitteilung aus dem Laboratorium der Chem. Fabrik
Dr. H. Zeumer, Nikolai (Poln. O.-S.).

Nach F. Hefti¹⁾ werden kleine Mengen Arsen bequem kolorimetrisch bestimmt mit Hilfe der Reaktion von Flückinger und Lehmann, indem man den — durch Reduktion mit Hilfe von Zink und Schwefelsäure erhaltenen — Arsenwasserstoff auf Mercurichloridpapier einwirken läßt. — Man bedient sich dazu eines von Treadwell und Comment konstruierten Apparates, bestehend aus dem Gasentwicklungsgefäß (Erlenmeyerkolben), welches mit Hilfe eines doppelt durchbohrten Korkes versehen ist mit: 1. einem als Meßrohr ausgebildeten, mit Glashahn versehenen Zulaufrohr, 2. einem wagerecht angeordneten, mit kristallisiertem Chlorcalcium gefüllten Trockenrohr; dieses wird durch einen Kork verschlossen, welcher eine rechtwinklig nach oben gebogene, am freien Ende abgeschliffene Düse von 8 bzw. 16 mm Durchmesser trägt. Sie wird mit Mercurichloridpapier bedeckt, und dieses wird mit einer mattgeschliffenen Glasplatte beschwert.

Im hiesigen Laboratorium hat sich folgende Versuchsanordnung bewährt, bei welcher die Mercurichloridpapierscheiben ersetzt sind durch Mercurichloridwatte, bereitet durch Tränken von langfaseriger Verbandswatte mit einer wässrigen, warmgesättigten Mercurichloridlösung, Auspressen der überschüssigen Lösung und Trocknen bei 60—70°. Diese Watte wurde in ein beiderseits offenes Glasrohr von 5 mm Durchmesser gestopft, so daß ein mäßig dichter, etwa 3 cm langer Ppropfen entstand. Es zeigte sich, daß in diesem Ppropfen die Färbung um so weiter fortschreitet, je mehr Arsen zur Anwendung gelangt, und zwar streng proportional der angewandten Arsenmenge.

Ein Einfluß der Strömungsgeschwindigkeit des Wasserstoffes auf die Intensität der Färbung der Watte konnte nicht festgestellt werden. Es erzeugten:

0,01 mg As	eine gefärbte Schicht von etwa 2,5 mm Länge
0,05 " "	" 13 "
0,1 " "	" 26 "

Es war also möglich, den Arsengehalt direkt mit dem Zentimetermaßstab zu messen.

Die Anwesenheit von organischer Substanz in der Beschickung (vor allem Mineralöl) zeitigt einen nachteiligen Einfluß auf die Reaktion und muß ausgeschlossen werden.

Bei der Benutzung des in dieser Weise abgeänderten Apparates von Treadwell und Comment zeigten sich nach einiger Zeit verschiedene Schwierigkeiten, vor allem war es notwendig, die Chlorcalciumfüllung des öfteren zu erneuern. — Ich sah mich daher genötigt, dem Apparat die aus nebenstehender Abbildung zu ersehende Gestalt zu geben.

Der Erlenmeyerkolben A ist durch einen dreifach durchbohrten Kork versehen mit: 1. dem mit Glashahn versehenen Zulaufrohr B; 2. dem Steigrohr C; 3. der senkrecht angeordneten Trockenkolonne.

Diese Trockenkolonne besteht aus dem Tröpfchenfänger D und dem Trockenrohr E.

Als Tröpfchenfänger dient ein pipettenartiger Hohlkörper, welcher mit kurzen Glasrohrstücken gefüllt ist. — Es ist einfach, diese Glasrohrstücke in das Innere des Hohlraumes einzuführen, wenn man

¹⁾ Siehe Treadwell, Lehrbuch der analyt. Chemie II, 8. Aufl., 1919, S. 171.

dem oberen Verbindungsrohr von D —α— einen größeren Durchmesser gibt, als dem unteren —β—. Das freie Ende des Verbindungsrohrs α ist derart angeschliffen, daß es in drei Spitzen endet. Auf diesen Spitzen ruht die Glocke F, ohne den Gasdurchgang zu hemmen. Das Verbindungsrohr α ist durch die Bohrung eines Korkes geführt, welcher das mit kristallisiertem Chlorcalcium gefüllte Trockenrohr E trägt. Da sich nach einer größeren Anzahl von Bestimmungen auf diesem Kork eine gesättigte Chlorcalciumlösung sammelt, wurde der Kork — um diese ablassen zu können — mit einer zweiten Bohrung versehen, welche beim Gebrauch durch einen Glasstab verschlossen gehalten wird. Die Glocke F verhindert, daß das Verbindungsrohr α durch Chlorcalcium verstopft werden kann, gleichzeitig wird eine gleichmäßige Verteilung des Gasstromes erreicht. Das Trockenrohr E endet in dem Gasableitungsrohr G. An diesem wird mit Hilfe eines kurzen Gummischlauches das mit dem Wattepropfen versehene Indicatorrohr H befestigt. Um dem Apparat eine größere Stabilität zu geben, wurden die beiden Rohre B und E mit einem Draht umbunden.

Arbeitsweise: Der Erlenmeyerkolben wird beschickt mit chemisch reinem Zink, nach F. Hefti mit wenig Kupfer legiert (von Kahlbaum zu beziehen). Nach dem Zusammenstellen des Apparates werden durch B eingefüllt: 1. etwa 50 ccm verdünnte Schwefelsäure (1 Vol. konzentrierte Säure und 4 Vol. Wasser); 2. die auf Arsen zu prüfende Lösung, von der man zweckmäßigerverweise soviel anwendet, daß die eingeführte Arsenmenge zwischen 0,01 und 0,1 mg liegt. Man spült B mit etwas Wasser nach.

Die Wasserstoffentwicklung läßt in demselben Maße nach, als das vorhandene Arsen in Arsenwasserstoff übergeführt wird. Nach etwa 20 Minuten ist die Bestimmung beendet. Der Apparat ist sofort für die nächste Bestimmung verwendbar.

Wurde die Watte im Indicatorrohr zu fest gestopft, so erkennt man dies am Flüssigkeitsstand im Steigrohr C.

Steht Zink, nach F. Hefti mit Kupfer legiert, nicht zur Verfügung, so kann mit gleichem Erfolg chemisch reines Zink zur Anwendung kommen, wenn man nach dem Einfüllen der Schwefelsäure 1 ccm einer schwach sauren, gesättigten Kupfersulfatlösung zugibt.

Ein Unterschied in der Wasserstoffentwicklung konnte gegenüber der Anwendung von Zink, nach F. Hefti mit Kupfer legiert, nicht festgestellt werden. Nur ist es notwendig, die Zugabe von Kupfersulfatlösung bei jeder Bestimmung zu wiederholen, trotzdem das Zink für mehrere Bestimmungen ausreicht, da die innige Berührung mit dem Kupfer aufgehoben wird in demselben Maße, als das Zink in Lösung geht.

Der oben geschilderte Apparat hat sich bei mehr als 100 Bestimmungen sehr gut bewährt.

Die hier zur Anwendung gekommene Trockenkolonne dürfte auch für andere Zwecke verwendbar sein, es wird eine sehr gute Trocknung des Gases erreicht und das Chlorcalcium wird weitgehend ausgenutzt.

Rundschau.

Aluminiumlegierungen.

Im Jahre 1858 wurde als wissenschaftliche Beilage zum Jahresbericht der Öffentlichen Handelslehranstalt zu Leipzig eine 46 Quarts Seiten umfassende Abhandlung veröffentlicht: „Das Aluminium und einige seiner Legierungen“. Verfasser war Dr. Hirzel, der spätere außerordentliche Professor an der Universität Leipzig. Von dieser Abhandlung besitzt die Öffentliche Handelslehranstalt zu Leipzig nur noch ein Exemplar. Da kürzlich eine große Firma nach der Abhandlung gefragt hat, ist geplant, durch Breßdruck die Abhandlung reproduzieren zu lassen. Der Preis eines Abzuges läßt sich noch nicht genau feststellen, da er von der Zahl der Besteller abhängt. Interessenten werden gebeten, ihre Bestellung an die Leitung der Öffentlichen Handelslehranstalt zu Leipzig zu richten.

