

wie bekannt sein dürfte, äußerst hartnäckig festgehalten werden. Daher gleicht sich der kleine Verlust, welcher durch die Ätherextraktion entstehen kann, wieder aus.

So glaubten wir, diese Methode zur Stützung derjenigen Resultate heranziehen zu dürfen, die wir bei der Ermittlung des Phenolgehaltes verschiedener Gaswasser nach der neuen Arbeitsweise fanden. Wir rechneten bei diesen Bestimmungen mit einem Mol.-Gew. von 101; dies entspricht einem bei früheren Versuchen festgestellten Phenol-Kresolgemisch von 50% Carbolsäure und 50% Kresolen. Die Bestimmungen wurden mit denselben Mengenverhältnissen, wie im Beispiel 7 beschrieben, durchgeführt. Dabei erhielten wir folgende Ergebnisse:

	n. neue Methode	n. Äther- extraktion
Gaswasser Mathias Stinnes I/II	3,49	3,58
" Victoria Mathias	1,39	1,37
" Henrichshütte	2,69	2,73

Zusammenfassung:

1. Die Anwendungsmöglichkeit der Methode nach Koppeschaar zur Bestimmung des Phenol-Kresolgemisches im Gaswasser wurde erwiesen.
2. Störende Einflüsse des Schwefelwasserstoffs und Ammoniumthiosulfats im Gaswasser mußten beseitigt werden, bevor die Methode anwendbar wurde. Dies konnte durch die Extraktion der Phenole mit einem Benzol-Chinolingemisch erreicht werden.
3. Die Ausführung einer Bestimmung dauert nicht ganz zwei Stunden. Die erhaltenen Werte genügen den Anforderungen der Praxis vollauf. Das Benzol-Chinolingemisch kann stets von neuem wieder benutzt werden.

[A. 186.]

Neue Apparate.

Ein neues Verfahren zur Handhabung von Pipetten und hahnlosen Büretten

von Eugen Schilow.

Polytechnisches Institut zu Iwanowo-Woznessensk, U. S. S. R.
(Eingeg. 1. Dez. 1925.)

Das Prinzip des Verfahrens. Die Röhre A, die in eine capillare Spitze ausläuft und eine benetzende Flüssigkeit enthält, sei mit einem Niveauparappat dicht verbunden (Fig. 1). Der letztere besteht aus zwei Gefäßen a und b, die durch Kautschuk verbunden und mit Flüssigkeit gefüllt sind. Das System ist im Gleichgewicht, wenn der Druck der Flüssigkeitssäule h' gleich dem der Säule h ist.

Dank den capillaren Kräften, die in der Spitze der Röhre A wirken, wird aber die Flüssigkeit auch in dem Falle nicht ausfließen, wenn der Druck h' ziemlich größer (z. B. auf einige Zentimeter Wassersäule) als h ist. Umgekehrt, wird die Luft in die Röhre A nicht eintreten, solange der Druck h' ziemlich viel kleiner als der Druck h sein wird. Es existiert eine „tote Strecke“, wo die Bewegung des Gefäßes b nach oben oder nach unten auf die Flüssigkeitssäule keinen Einfluß hat; diese Strecke ist desto länger, je dünner die capillare Auslaufspitze der Röhre A ist. Dieser Umstand gibt die Möglichkeit, eine Flüssigkeitssäule durch den Niveauparapparat leicht im Gleichgewicht zu halten.

Auf diesem Prinzip kann man einen Apparat zur Handhabung von Pipetten und hahnlosen Büretten konstruieren.

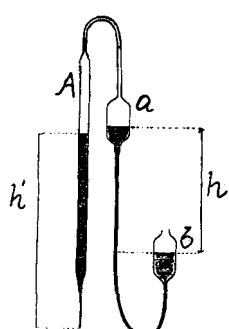


Fig. 1.

Auf einem Stativ mit einem glatten Stabe (z. B. aus Glas) sind zwei Gefäße a und b mit je einer Schlittenvorrichtung befestigt (Fig. 2). Die letztere besteht im wesentlichen aus einem Metallring mit drei inneren parallelen Stahlfedern und einer Klemme zur Befestigung der Gefäße. Um die Größe der Verschiebungen der Gefäße a und b zu vermindern, ist es vorteilhaft, den Niveauparapparat mit einer schweren Flüssigkeit ($d = 1,5-3$ und höher) zu füllen, wie z. B. Athylenbromid, Methylenjodid oder konzentrierte Lösungen von Strontium- und Bariumbromid und -jodid, Natriumjodid, Natriumbichromat usw. Ich bediene mich öfters der konzentrierten Lösung von Na_2HgJ_4 (d bis 2,8). Das metallische Quecksilber ist dafür zu schwer, seine Anwendung ist nur bei speziellen Konstruktionen des Apparates möglich. Auf dem Stabe des Stativs ist auch ein federnder Bürettenhalter befestigt.

Die Kautschukverbindungen müssen stark genug sein, um den Druckänderungen im Apparate nicht nachzugeben, dürfen aber ohne Nachteil sehr lang sein.

Um eine Pipette zu füllen, verbindet man diese mit dem Kautschuk k und setzt sie in den Arm des Halters. Man saugt die Flüssigkeit in die Pipette, indem man die Spitze der Pipette in die Flüssigkeit taucht und das Gefäß b herabläßt, bis die Flüssigkeit etwas über die Marke zu stehen kommt. Dann nimmt man die Pipette aus der Flüssigkeit heraus und berührt mit der Spitze die Wand des Gefäßes. Die Flüssigkeit fließt ab; man stellt den Meniskus genau, indem man das Gefäß b vorsichtig hebt. Wenn der Meniskus zufällig unter die Marke zu stehen kommt, so genügt es, die Pipettenspitze in die Lösung zu tauchen, um den Meniskus zu heben.

Die gefüllte Pipette ist gegen Temperaturschwankungen praktisch unempfindlich, und der eingestellte Meniskus hält sich eine unbegrenzte Zeitdauer.

Um die Flüssigkeit aus der Pipette ausfließen zu lassen, muß man selbstverständlich das Gefäß b auf eine entsprechende Höhe heben.

Alle gewöhnlichen Pipetten lassen sich auf diese Weise regulieren, besonders geeignet sind jedoch die Pipetten, die dünnwändige und schmale Auslaufspitzen haben, z. B. solche, die Tropfen von 0,025–0,03 ccm geben.

Mit einer gewissen Übung kann man mit dem neuen Apparat ebenso rasch arbeiten, wie mit Hilfe des Mundes, doch ist die Handhabung mehr sicher und angenehm, insbesondere bei genaueren Titrationen. Außerdem bleibt die Pipette viel länger sauber. Für Arbeiten mit giftigen und ätzenden Flüssigkeiten, z. B. Oleum, Lösungen von Schwefeldioxyd, Ammoniak usw., ist der Apparat ebenso gut geeignet.

Vermittelst des neuen Apparates kann man die lange erreichte Bürette ohne Glas- und Quetschhahn verwirklichen.

Derartige Büretten wurden mehrmals vorgeschlagen¹⁾. Meistens wurden sie durch den oberen Hahn²⁾ reguliert, indem man die Luft in die Bürette vorsichtig einließ. Diese Büretten haben keine Verbreitung gefunden, wohl wegen bedeutender ihnen anhaftender Mängel³⁾. Der wichtigste ist die Erscheinung des Nachfließens nach Schließen des Hahnes, was die Unsicherheit des Titrierens zur Folge hat. Außerdem sind sie gegen

¹⁾ Heriot and Biggs, Chem. News 26, 189 [1872]; C. Elschner, Ch. Ztg. 15, 917 [1891]; Stöber, J. pr. Ch. (2) 59, 595 [1899]; Schmitz-Dumont, Ch. Ztg. 15, 1239 [1891]; Raikow, Ch. Ztg. 15, 882 [1891]; Zschimmer, Ch. Ztg. 25, 10 [1901]; Alexander, Z. anal. Ch. 49, 436 [1911].

²⁾ Es ist eine interessante Tatsache, daß die Bürette mit oberem Hahn früher (nämlich nicht später als 1844) erfunden worden war als die gewöhnliche Bürette mit unterem Hahn (O. Lüning, Ch. Ztg. 36, 745 [1912]).

³⁾ H. Beckurts, Die Methoden der Maßanalyse, S. 35 [1910].

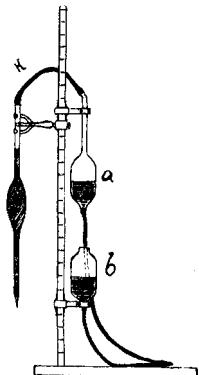


Fig. 2.

Temperaturschwankungen sehr empfindlich. Besonders leicht tritt die Flüssigkeit aus bei größeren Luftvolumina in der Bürette, also am Ende der Titration.

Meine Bürette ist von diesen Nachteilen frei.

Die Handhabung von Büretten ist dem beschriebenen Pipettenverfahren ganz ähnlich. Man muß nur dafür Sorge tragen, daß die Höhe der Flüssigkeit im Niveauapparate groß genug ist, um die Bürette zu füllen.

Das beste Verfahren der Meniskuseinstellung ist wiederum das Berühren der Wand des Gefäßes. Es ist ratsam, die Spitze der Bürette ein wenig zu biegen (wie z. B. in Fig. 3). Man kann leicht die Lösung rasch oder langsam ausfließen lassen, indem man das Gefäß *b* hebt. Es ist auch leicht, einzelne Tropfen abfließen zu lassen. Man kann sogar einen hängenden Tropfen wieder in die Bürette einziehen. Das Berühren der Glaswand gibt die Möglichkeit, die Volumina, die kleiner als 0,01 cm sind, abfließen zu lassen⁴⁾; bei Anwendung des neuen Apparates ist also die Genauigkeit des Titrierens durch das Volumen eines einzelnen Tropfens nicht begrenzt.

Die Bürette ist besonders für genauere wissenschaftliche Arbeiten⁵⁾ geeignet, wie auch für die Anwendung ätzender Flüssigkeiten.

Die Bürette kann auf gewöhnlichen Wegen mit einer Vorratsflasche vereinigt werden. Beim Füllen muß man die Aus-

⁴⁾ Anm. bei Korrektur: Auf dieser Besonderheit ist eine neue Methode der Mikrovolumanalyse begründet, deren Beschreibung in dieser Zeitschrift nächstens erscheinen soll.

⁵⁾ Die Mängel der Glashähne sind wohlbekannt (siehe darüber z. B. Beckurts, I. c. S. 25). Die Anwendung der

laufspitze mit dem Finger, mit einer Kautschukplatte, oder mit einer an einem Ende geschlossenen Kautschukröhre schließen.

Im Falle, daß die Kautschukverbindungen verboten sind, z. B. bei Permanganat- oder Jodlösungen, kann man die Bürette ebenso in für solche Fälle üblicher Weise mit der Vorratsflasche vereinigen (Fig. 3). Folgende Bedingungen müssen aber erfüllt werden: 1. Die Höhe *H* darf nicht kleiner als die Höhe *h* der Lösungssäule in *H* der Bürette sein; 2. der innere Durchmesser der Röhre *S* darf nicht größer sein als 1,5 mm (sonst wird die Regulierung nicht sicher genug); 3. der Schenkel *r* muß möglichst kurz sein.

Es ist von großem Vorteil, wenn der Stab des Stativs mit Teilungen versehen ist (z. B. in 0,2 cm). Dann kann man bestimmte Volumina abfließen, sowie auch einsaugen lassen, indem man das Gefäß *b* auf eine bestimmte Teilung des Stabes einstellt.

Der neue Apparat wird von der Firma C. Gerhardt, Fabrik und Lager chemischer Apparate, Bonn a. Rh. geliefert.

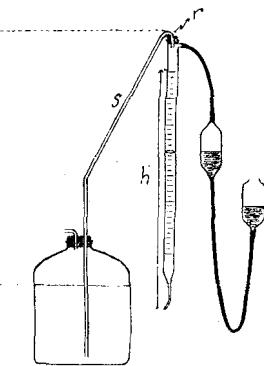


Fig. 3

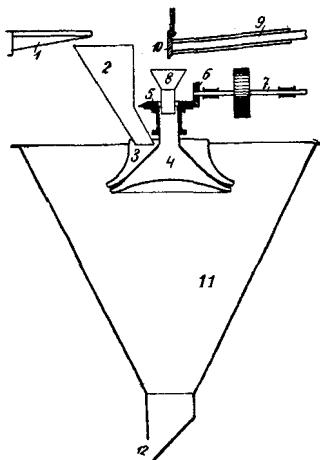
Quetschhähne hat einen prinzipiellen Irrtum zu Folge, da wegen der Elastizität der Kautschukröhre sich das Volumen derselben bei verschiedenen Höhen der Lösungssäule ändert.

Patentberichte über chemisch-technische Apparate.

I. Wärme- und Kraftwirtschaft.

1. Kohle, Torf, Holz.

Johann Scheibner, Gleiwitz. Verfahren zum Mischen von festem Brikettiergut mit einem flüssigen Bindemittel, dad. gek., daß das Brikettiergut dem oberen Teile (3) und das Bindemittel dem unteren Teile (4) eines Doppelhohlkörpers mit gemeinschaftlicher Achse zugeführt wird, und bei der schnellen Drehung des Doppelhohlkörpers um seine senkrechte Achse durch am äußeren Umfange angeordnete Düsen, von denen die oberen in einem spitzen Winkel gegen die unteren gerichtet sind, ausgeschleudert und in einem Trichter (11) gesammelt wird, von dem aus das Gut der weiteren Bearbeitung zugeführt werden kann. — Beim Brikettieren mit flüssigem Pech



oder anderen Bindemitteln durch feines Verstäuben des Bindemittels durch Dampf oder Druckluft konnte ein gleichförmiges Mischgut nicht erzielt werden, da das Brikettiergut mit dem Bindemittel nicht so in Berührung kam, um eine innige und gleichförmige Mischung zu sichern. Das erzeugte Mischgut bildet eine lockere, staubförmige Masse, die einen verhältnismäßig großen Raum einnimmt. Um es in eine leicht förderbare, zur Verarbeitung in den Pressen geeignete, dichtere Masse umzuwandeln, ist es nötig, daß das Mischgut in einen Desintegrator geblasen wird. Wesentlich einfacher in den zur Anwendung kommenden Mitteln und zuverlässiger in der Durchführung als die bisher vorgeschlagenen Verfahren ist das Verfahren nach der Erfindung. (D. R. P. 420 855, Kl. 10 b, Gr. 7, vom 7. 9. 1924, ausg. 2. 11. 1925.) dn.

Head, Wrightson & Co., Ltd., und Robert Seymour Benson, Thornaby-on-Tees, und Henry Clark, London. Antrieb für hin

und her gehende Förder-, Sieb- und Waschvorrichtungen für Kohle o. dgl., bei der die Fördervorrichtung durch eine Stange von einer Kurbel oder einem Exzenter auf einer Vorgelegewelle betätigt wird, deren Kurbel durch einen Lenker mit einer Kurbel auf der Antriebswelle verbunden ist, die ihrerseits parallel zur Vorgelegewelle, aber nicht in Linie mit ihr liegt, dad. gek., daß zwei in entgegengesetzten Richtungen rotierende Antriebswellen vorgesehen sind und auf jeder von ihnen eine Kurbel sitzt, die durch einen Lenker mit einer Kurbel auf der Vorgelegewelle verbunden ist, wobei beide Vorgelegewellen hintereinanderliegen und die auf ihnen sitzenden Exzenter um 180° gegeneinander versetzt und mit den Fördervorrichtungen verbunden sind. — 2. dad. gek., daß die vordere Vorgelegewelle von einer Antriebswelle angetrieben wird, die hinter und unter ihr liegt, während die hintere Vorgelegewelle von einer hinter und über ihr liegenden Antriebswelle angetrieben wird. — 3. dad. gek., daß die beiden Vorgelegewellen in Linie miteinander angeordnet sind und die Antriebswelle zwischen ihnen liegt und eine Riemenscheibe trägt. — 4. dad. gek., daß die Antriebswelle zwischen, über und hinter den Vorgelegewellen liegt. — 5. dad. gek., daß eine einzige Antriebswelle mit einer einzigen Vorgelegewelle verwendet wird und die auf letzterer sitzenden beiden Exzenter um 180° versetzt sind und eine Fördervorrichtung mit jedem Exzenter verbunden ist. — 6. dad. gek., daß die Antriebswelle über und hinter der Vorgelegewelle liegt. — Bei Antriebsvorrichtungen dieser Art treten sehr starke Druck- und Zugkräfte an den Achsen der Kurbeln auf, worunter die Maschine stark leidet. Durch die gegebene Einrichtung werden diese Kräfte weitgehend ausgeglichen. Zeichn. (D. R. P. 422 394, Kl. 1 a, Gr. 18, vom 21. 6. 1922, ausg. 1. 12. 1925.) dn.

II. Apparate.

1. Apparate und Verfahren der allgemeinen chemischen Technologie.

Elektrochemische Werke G. m. b. H., Frankfurt a. M. Erfinder: David Strauß und Dr. Philipp Zimmermann, Bitterfeld. Herstellung von Filterschichten aus körnigem Material in Schleudern, dad. gek., daß der als Filter dienende, in einer mit einem Schlitz und gegebenenfalls mit einer Entleerungseinrichtung ver-