

einen Stab erfahrener Ärzte verfügen, sind alle Vorbeugungsmaßnahmen leichter durchzuführen als in mittleren oder kleineren Betrieben. Aber wir sollen uns auch hier bemühen, alle Maßnahmen zu treffen, die geeignet sind, das Auftreten von Berufskrankheiten nach Möglichkeit zu verhindern. [A. 33.]

## Über die Erscheinungen der reduktiven Passivität von Zinkstaub bei der alkalischen Reduktion von Nitroverbindungen.

Untersuchungen aus dem Gebiete des Benzidins, I.

Aus dem Zentrallaboratorium des Anil-Trusts, Moskau.

Von W. ISMAILSKY und W. KOLPENSKY.

(Eingeg. 3. Febr. 1926.)

Bei der Darstellung von Benzidin beobachtet man oft, daß die Zeit der Reaktion wie auch der Verlauf der Reaktion und die Ausbeute nicht nur von dem Verfahren, sondern auch von dem Zinkstaub abhängig sein können. In dem D.R.P. 288 413 (1915) finden wir z. B. den Hinweis, daß „die Verwendung von Zinkstaub in der Technik mit erheblichen Nachteilen verbunden ist“, da der Staub des Handels nicht gleichmäßig ausfällt, wie in bezug auf seine Reaktionsfähigkeit, so auch in bezug auf den Gehalt an Zinkmetall. Die Brauchbarkeit und der Reaktionswert müssen stets durch Vorversuche ermittelt werden.

Aber von der Qualität von Zinkstaub hängt nicht nur die Zeit und die Ausbeute ab, sondern auch die Sicherheit des Betriebes: man beobachtet nämlich für einige Zinksorten, daß der Vorgang der Reduktion, der anfangs normal oder etwas langsam vor sich geht, plötzlich und unerwartet sich in eine stürmische Reaktion verwandelt, die zu einer Explosion führen kann. Solche Explosionen sind auch in der Tat vorgekommen: so z. B. fanden in einem Falle dabei ein Chemiker und vier Arbeiter den Tod<sup>1)</sup>.

Besonders gefährlich sind solche Sorten von Zinkstaub, wenn man nach den Verfahren arbeitet, wo die ganze Zinkstaubmenge mit Nitrobenzol von Anfang an in den Reduktor eingeführt wird und der Reaktionsvorgang durch allmählichen Alkalizusatz geregelt wird<sup>2)</sup>. Da solche Verfahren mit Regulierung der Reaktion durch Alkalizusatz, wie eingehende Versuche, auch im Betrieb, gezeigt haben, überhaupt keinen Vorteil in bezug auf die Ausbeute vor den anderen Verfahren bieten, so müssen sie aus den oben erwähnten und auch anderen Gründen am besten verworfen werden.

Man könnte denken, daß wenn man nach den Verfahren mit Regulierung der Reaktion durch den Zinkstaubzusatz arbeitet (wo umgekehrt das ganze Alkali oder sein größter Teil von Anfang an mit Nitrobenzol in den Apparat eingeführt, und der Zinkstaub allmählich zugesetzt wird), man solche Reaktionsstöße vermeiden können. In der Tat geben solche Verfahren bei sachgemäßer Arbeit eine weitgehende Garantie der Sicherheit. Es ist nur notwendig, bei schnellem Zusatz von Zinkstaub die Ge-

schwindigkeit, mit welcher er zur Reduktion verbraucht wird, zu kontrollieren. Aber auch hier, besonders bei unvorsichtigem Zusatz mit einigen anomalen Sorten von Zinkstaub, können Reaktions-Hemmungen und -Stöße eintreten, wie dies übrigens schon von Erdmann beobachtet wurde<sup>3)</sup>.

Wir hielten es daher für wichtig, die Ursachen der beschriebenen Erscheinungen eingehender zu untersuchen und Mittel zu deren Vermeidung zu finden.

Zuerst müssen wir bemerken, daß die Ursache der Reaktionsstöße nicht in der schwachen Aktivität von Zinkstaub gesucht werden kann. Untersuchungen haben gezeigt, daß diese Erscheinungen von der Aktivität und von dem Zinkgehalt gänzlich unabhängig sind. Im Gegenteil, wir haben den Eindruck erhalten, daß, je aktiver der Zinkstaub ist, je feiner er zerstäubt ist, er um so gefährlicher im Betrieb ist.

Durch besondere Versuche haben wir festgestellt, daß die Anwesenheit von Zinkoxyd (wir setzten zu dem normalen Zinkstaub bis zu 20 % von Zincum oxydatum via humida paratum) nicht daran schuld sein kann, da der Vorgang normal verlief (die Reaktionszeit der Standard-Reaktion verlängerte sich nur um 20–60 Minuten). Dasselbe fanden wir auch für einen alten, aus den Vorkriegszeiten stammenden Zinkstaub, der nur 60% Zink enthielt. Unser einheimischer normal-körniger Zinkstaub mit 83,6 % Gehalt gab solche Erscheinungen nur ausnahmsweise, bei unvorsichtigem Arbeiten. Eine Zinksorte, die aus Deutschland bezogen war, zeigte regelmäßig solche Erscheinungen, obgleich sie sich im Hydrosulfit-Betrieb ganz normal verhielt.

Folgende Beobachtungen haben uns überzeugt, daß die Ursachen des anomalen Reaktionsverlaufs nur in den Veränderungen, die der Zinkstaub während der Reaktion erfährt, gesucht werden kann.

Zur vergleichenden Untersuchung der verschiedenen Sorten von Zinkstaub haben wir eine Standard-Reduktionsmethode ausgearbeitet, wozu die Reduktion von Nitrobenzol zu Azoxybenzol gewählt wurde. Unsere Versuche haben gezeigt, daß die Hauptmenge des Anilins, die die Ausbeute verringert, sich gerade in dieser ersten Phase der Reaktion bildet. Die analytische Verfolgung dieser ersten Phase



ist daher von großer Wichtigkeit für die Bewertung von Zinkstaub. Eine solche Prüfung von Zinkstaub mittels Standard-Reduktionsversuch der Überführung von Nitrobenzol in Azoxybenzol liefert in der Tat die beste Antwort über seinen praktischen Wert für den Betrieb, wie auch in bezug auf die Gleichmäßigkeit des Reaktionsverlaufs, in bezug auf die Ausbeute an Benzidin und die Verluste durch Anilinbildung. Genauere Angaben werden seinerzeit mitgeteilt werden.

Mit einigen Zinksorten kann man nämlich bei der Durchführung solcher Standardreduktionen folgendes beobachten. Anfänglich geht die Reaktion ganz normal vor sich: jede Portion Zinkstaub, die in einem regelmäßigen Zeitintervall bei 90–95° zugesetzt wird, ruft eine regelmäßige Temperatursteigerung von 2–3° hervor, wobei nach einiger Zeit die Temperatur zu der anfänglich sinkt. Nach dem Zusatz von ungefähr  $\frac{1}{4}$ – $\frac{1}{3}$  von der ganzen nötigen Menge von Zink tritt aber plötzlich eine Reaktionshemmung ein: die Temperatursteigerung nach dem Zinkzusatz wird jetzt viel geringer, nur 0,5–1°, und kann später überhaupt aufhören. Die Reaktion hört auf oder geht nur langsam vor sich. Während man früher die Außentemperatur des Wasserbades um 20–30° niedriger als die innere Temperatur des Reaktionsgefäßes halten mußte, beobachtet man jetzt keinen

<sup>1)</sup> Ch. Ztg. 1900, 988. Es wird hier als Sicherheitsmaßnahme vorgeschlagen, den Reduktor mit einem breiten Abzugsrohr zu versehen, wobei dieses Rohr durch ein Bleiblatt abgeschlossen ist. Bei der Drucksteigerung muß das Blatt zerreißen, damit die Gase abgehen. Vgl. Dingl. Pol. J. 224, 344.

<sup>2)</sup> Vgl. z. B. Schultz, Chemie des Steinkohlenteers, 1900, I, 93, ferner Grandmougin, Rev. prod. Chim. 1917, 20, 260 (zit. nach J. Cain, La fabrication des produits intermédiaires, 1920, Paris, S. 94, 95; ferner D. R. P. 288 413, 1915).

<sup>3)</sup> Z. ang. Ch. 6, 163 [1893].

Unterschied zwischen den beiden Temperaturen. Man kann das ganze Zink hinzusetzen, die Temperatur bis zu 100° erhöhen, und doch geht die Reaktion nicht normal, und man kann sogar nach 9—12 Stunden viel unverändertes Nitrobenzol finden. Eine solche zurückgehaltene Reaktion kann aber plötzlich wieder in Gang kommen, in einem Falle nach einer bis zwei bis drei Stunden, in einem anderen Falle erst am anderen Tage bei vorsichtiger Anwärmung des abgebrochenen Versuchs auf z. B. 60°. In solchem Falle steigt plötzlich die Temperatur bis über 100° (manchmal bis zu 110°), der Rückflußkühler kann nicht mehr alle Dämpfe kondensieren, und die Reaktionsmasse wird dann meistens aus dem Reaktionsgefäße herausgeschleudert.

Ein ganz ähnliches Bild kann man bei der Ausführung des Versuchs nach der Methode der Regulierung des Reaktionsvorganges durch Alkalizusatz beobachten: die Erscheinungen der reduktiven Passivität treten hier in ebenso deutlicher Form hervor. Wenn man die Natronlauge zu dem Gemisch von Zinkstaub und Nitrobenzol bei intensiver Durchmischung vorsichtig zufließen läßt, so beobachten wir zunächst ein allmähliches und regelmäßiges Ansteigen der Temperatur bis zu einem gewissen Punkt, z. B. bis 60°, wo die Reaktion plötzlich aufhört. Wird die Reaktionsmasse weiter gerührt, besonders bei weiterem Zusatz von Alkali, so tritt plötzlich eine stürmische Entwicklung der Reaktion ein, die nur schwer durch Abkühlung abgeschreckt werden kann.

Die oben beschriebenen Erscheinungen können nur so gedeutet werden, daß der Zinkstaub die Fähigkeit besitzt, während des Reaktionsvorganges eine vorübergehende reduktive Passivität zu erhalten. Es muß darauf hingewiesen werden, daß sehr ähnliche Erscheinungen schon bei der Einwirkung von Säuren auf den Zinkstaub beschrieben wurden<sup>4)</sup>.

Solche Erscheinungen der reduktiven Passivität konnten wir auch bei der Einwirkung von Zinkstaub bei Gegenwart von Alkali auf Salpeter beobachten. Die Ursache der Passivitätserscheinungen kann also nicht in der Umhüllung mit dem öligen Nitrobenzol gesucht werden.

Zur Aufhebung der Passivitätserscheinungen von Zinkstaub haben wir viele Versuche angestellt. Die Erhöhung der Reaktionstemperatur war ohne Einfluß. Ferner haben wir den Reaktionsgang durch Zusatz von verschiedenen Metallen oder Salzen, z. B. von Kupfersulfat zu regeln versucht, indem wir erwarteten, daß die Bildung eines elektrochemischen Paares sich günstig erweise. Alle diese Versuche gaben nur negative Resultate, so z. B. ruft der Zusatz von Kupfer eine starke Verzögerung der Standardreaktion hervor, wobei auch die Menge des Anilins stark anstieg<sup>5)</sup>.

Weitere Untersuchungen haben gezeigt, daß diese Passivitätserscheinungen vermieden werden können, wenn man den Zinkstaub einer Vorbehandlung unterzieht, die in der Einwirkung von Alkalilösung oder Wasser bei bestimmten Bedingungen besteht. Jedesmal muß die Vorbehandlung ausprobiert und der betreffenden Zinksorte angepaßt werden. Bei solcher Vorbehandlung (Vorätzung sozusagen) können die Temperatur, die Konzentration von Alkali und die Folge der Reaktionszusätze, die Zeit der Einwirkung usw. geändert werden. Als Beispiel der Vorbehandlung sei folgendes angeführt. Der Zinkstaub wird mit

30%igem Alkali gut vermischt, dann mit Wasser verdünnt und kurze Zeit auf 60—70° angewärmt und dann auf 20° abgekühlt, oder mit schwacher Alkalilösung oder Wasser angeteigt und dann stehen gelassen oder mit Wasser angewärmt und dann mit schwachem Alkali versetzt usw. Außerordentlich interessant ist es, daß bei solcher Vorbehandlung der Zinkstaub eine solche Änderung des Zustandes erfährt, der bei zu energischer Behandlung wieder verschwinden kann (gewöhnlich geht hierbei eine Gasentbindung voraus).

Je aktiver der Zinkstaub ist, um so vorsichtiger muß die Vorbehandlung ausgeführt werden (in solchem Falle am besten in der Kälte mit schwachem Alkali oder nur mit reinem Wasser).

So z. B. eine sehr reaktionsfähige Zinksorte, die ohne Vorbehandlung oder nach milder Vorbehandlung mit kaltem Wasser ziemlich gut reagierte (Standart-Reduktion — 2—3 Stunden), nach der Vorbehandlung mit Alkali (bei höherer Temperatur oder bei größerer Konzentration) eine stark verminderte Reaktionsfähigkeit zeigte (Standard-Reduktion nach 15 Stunden noch nicht zu Ende).

Bei richtiger Vorbehandlung wird die Paste etwas breiiger, das Volumen vermehrt sich; eine starke Gasentwicklung muß in allen Fällen vermieden werden<sup>6)</sup>. Eine so vorbereitete Zinkpaste wird dann direkt durch eine besondere Vorrichtung in den Reaktionsapparat eingeführt.

Während ohne Vorbehandlung anormal reagierende Zinksorten für die obige Standartreaktion 6—9—12 Stunden erforderten (bei Ansatz von 123 g Nitrobenzol), konnte man mit demselben Zinkstaub die Reaktion in 90—105 Minuten zu Ende führen. Die Menge des nebenbei entstehenden Anilins steigt dabei nicht an, wie vergleichende Versuche gezeigt haben. Eine Zinksorte, mit der vorher eine regelmäßige Reaktionsdurchführung ganz unmöglich war, reagiert nach solcher Vorätzung ganz ruhig, und der Versuch kann in 80—90 Minuten (in einem Falle 50) beendet werden.

Die Passivitätserscheinungen werden besonders durch geringe Alkalikonzentration (2—6%) begünstigt. Besondere Versuche haben aber gezeigt, daß sogar die Konzentration von Alkali bis zu 30% keine Garantie gegen Reaktionsstöße liefern kann.

Was die Ursachen der oben beschriebenen Passivitätserscheinungen anbetrifft, so liegen sie offenbar in irgendwelchen oberflächlichen Veränderungen von Zinkstäubchen durch den Einfluß von Alkali. Es ist möglich, daß es sich um die Okklusion von einer Gas-hülle handelt, vielleicht unter Bildung von Zinkhydrür  $\text{ZnH}_2$ . Eine ähnliche Ansicht über die Bildung einer Wasserstoffhülle wurde schon ausgesprochen zur Erklärung ähnlicher Erscheinungen bei der Einwirkung von Säuren auf das Zink<sup>7)</sup>. Wir haben beobachtet, daß jedesmal nach dem Zusatz der Zinkstaubpaste zu dem Reaktionsgemisch, sogar wenn die Reaktionsmasse nur 80° hat, eine Entwicklung von Dämpfen vor sich geht, wobei Wasser und Nitrobenzol mitgerissen und im Rückflußkühler kondensiert werden.

Im großen Maßstabe läßt sich diese Erscheinung

<sup>4)</sup> Gmelin-Kraut, Handbuch der anorg. Ch. 1911, B. IV, T. I, S. II, 533.

<sup>5)</sup> Unsere Beobachtungen über den Einfluß der verschiedenen Metalle werden in einer der folgenden Mitteilungen veröffentlicht.

<sup>6)</sup> Bei intensiver Vorätzung bemerkt man eine Entwicklung von Gas, welches eine Reaktion mit dem Silbernitrat-Reagenspapier für Arsenwasserstoff gibt. Während aber Arsenwasserstoff eine gelbe Färbung gibt, beobachtet man hier eine braune Färbung. Außerdem ist ein ammoniakalisch-methylaminischer Geruch wahrzunehmen, welcher manchmal auch beim Stehen mit reinem Wasser auftritt, wobei in der Zinkmasse Blasen oder Gasschichten entstehen.

<sup>7)</sup> I. M. Weeren, Ber. 24, 1785 [1891]. D. Mendelejew, Grundlagen der Chemie 1903 (Russisch), S. 483.

durch ein Schauglas am Rückflußkühler sehr schön beobachten und zur Kontrolle der Reaktion anwenden. Die Entwicklung der Dämpfe läßt aber nach 1–2 Minuten nach, obgleich der Zinkstaub nicht völlig ausgenutzt ist. Es hat den Anschein, daß jedesmal dem Anfang der Reaktion die Abgabe von irgendwelchem Gas (Wasserstoff, Zinkwasserstoff?) von der Oberfläche der Zinkteilchen vor sich geht.

Es ist sehr interessant, daß eine solche Gasentwicklung in einigen Fällen auch am Anfang der Reaktion explosionsartig verlaufen kann. Dies konnten wir sehr oft für bestimmte Sorten von Zinkstaub nach der Vorätzung mit kochendem Wasser (nie mit Alkali, im Betrieb nach der Vorbehandlung mit kaltem Wasser) beobachten. Sogar im Laboratorium, beim Ansatz von 123°, bei dem Zusatz des ersten Löffelchens der Zinkstaubpaste bei 95–97°, kann der Inhalt des Gefäßes explosionsartig herausgeschleudert werden<sup>8)</sup>.

Als unsere Untersuchung abgeschlossen war, fanden wir das Referat des D. R. P. 336 841 (1921)<sup>9)</sup>, in welchem ein Verfahren zur Darstellung von fein verteiltem Zink mit einer großen Reaktionsfähigkeit geschützt wird, bestehend in der Behandlung des fein verteilten Zinks erstens mit heißem oder siedendem Wasser, oder zweitens mit alkalischer Flüssigkeit oder Natronlauge. Nach dieser Anmeldung hat ein so vorbehandelter Zinkstaub eine viel größere Wirkung als Fällungsmittel für gewisse Metalle aus Lösungen als auch gleichfalls als Reduktionsmittel zur Herstellung von Beizen. Durch unsere Untersuchungen ist gezeigt worden, daß ein so vorbehandelter Zinkstaub in gewissen Fällen ganz besondere Vorteile bei der Ausführung der Reduktion von Nitroverbindungen in alkalischer Lösung bieten kann, was aus dem betreffenden Patent nicht zu ersehen war. Es werden nicht nur Reduktionshemmungen, Stöße, Explosionsgefahr vermieden, sondern die Reaktion kann mit großer Geschwindigkeit (für Azoxybenzol bis zu 1–1½ Stunden) und ausgezeichneter Ausbeute sogar bei 100° ausgeführt werden, während ohne Vorbehandlung z. B. 9–12 Stunden erforderlich wären. [A. 27.]

### Berichtigung.

Bei der Veröffentlichung des Artikels „Zur Erkenntnis der Seidenbeschwerung“ in dieser Zeitschrift Nr. 11 vom 18. März 1926, Seite 380 f., sind folgende Druckfehler übersehen worden:

1. Der Name des Mitverfassers soll lauten: H. W. Gonell.
2. In Absatz 3, Zeile 2, muß es statt „Japan-, Trame“: „Japan-Trame“ heißen. Herzog.

<sup>8)</sup> Möglicherweise handelt es sich um eine Aktivierung des Zinks durch fremde Beimengungen, die ähnlich der ist, welche von I. Michalenko und P. Muschin (Verhandlung des I. Mendejew-Kongresses 1907, S. 317, Berichte des Technolog. Instituts zu Tomsk 31, [1913] für Magnesium beobachtet wurde. Diese Forscher untersuchten die Einwirkung auf Magnesiumstaub von Kristallhydrat Wasser verschiedener Salze. Während die einen Salze eine sehr schwache Wirkung ausübten, reagierte Magnesium mit den anderen Salzen schon bei dem Vermischen explosionsartig. Aber sehr träge reagierende Salze, wie  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{NaC}_2\text{H}_3\text{O}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , nach der Aktivierung mit Cu-, Hg-, Sn-Salzen eine sehr stürmische Reaktion gaben. Festes Natron-Hydrat reagierte sogar bei 200° ganz ruhig, während festes Kali-Hydrat bei 100° eine Explosion gab.

In diesen Explosionen mit Magnesium, die an Explosionen mit Natrium unwillkürlich erinnern, ist eine gewisse Analogie mit den obenbeschriebenen Zinkstaubexplosionen nicht zu verkennen.

<sup>9)</sup> Zentr. 1921, IV, 418, Austral. Priorität 24. 10. 1919.

## Neue Apparate.

### Ein Extraktionsapparat mit Jenaer Glasfilterplatte, für kleine Stoffmengen und kontinuierliche Extraktion.

Von Dr. Th. Steche, chem. Assistent am Institut für Pflanzenbau der Universität Göttingen.

(Eingeg. 22. März 1926.)

Im vorigen Jahrgang dieser Zeitschrift<sup>1)</sup> hat Dr. Prausnitz, Jena, einen von mir angegebenen Extraktionsapparat kurz erwähnt; seine besonderen Verwendungszwecke will ich hier darlegen. Er ist entstanden, als im hiesigen Institut die Aufgabe vorlag, vergleichende Fettbestimmungen an Pflanzensamen auszuführen, wobei für jeden Versuch nur etwa 1/2 g Stoff zur Verfügung stand. Eine Mikroapparatur besitzt das Institut nicht; um überhaupt vergleichbare Werte zu erhalten, mußte ich versuchen, alle Fehlerquellen soweit wie möglich zu beseitigen. Das war erstens die Papierhülse des alten Soxhletapparates, in der leicht etwas Fett zurückbleiben konnte; zweitens wollte ich den Apparat so klein haben, daß ich das extrahierte Fett ohne Umfüllen nach Abdampfen des Äthers im Stehkolben des Extraktionsapparates auf einer üblichen analytischen Wage wägen konnte.

Bei der Ausprobung des von Dr. Prausnitz gesandten Apparates (Fig. 1), der auch in dieser Zeitschrift 38, 1015 [1925], Fig. 4 (leider verkehrt, siehe die Berichtigung auf S. 1068) abgebildet ist, zeigte sich folgendes: Am günstigsten arbeitet er, wenn man die Flamme so einstellt, daß die Verdampfungsgeschwindigkeit ein klein wenig größer ist als die Filterungsgeschwindigkeit. Dann bleibt der Extraktionsraum dauernd mit Flüssigkeit gefüllt, und ein kleiner Teil von dieser fließt am Rande des Steigrohrs zurück, ohne das Aufsteigen des Dampfes zu hindern. Im alten Soxhletapparat wurde die Aufgabe, das Gelangen fester Teile in den Stehkolben zu verhindern, durch die Papierhülse erfüllt, die zweite Aufgabe, die Extraktionsflüssigkeit genügend lange mit dem Extraktionsgut in Berührung zu lassen, durch das Heberrohr. Die Jenaer Glasfilterplatte erfüllt infolge ihrer verhältnismäßig geringen Durchlaßgeschwindigkeit nicht nur die erste Aufgabe, sondern auch die zweite; neben ihr ist das Heberrohr nicht unbedingt nötig! Wenn dieses nicht vorhanden ist, wird die Extraktionsweise von Grund auf anders; sie wird aus einer ruckweisen zu einer kontinuierlichen. Daher bleibt die Flüssigkeitsmenge im Kolben während der ganzen Extraktion praktisch gleich groß, in scharfem Gegensatz zu dem alten Soxhletapparat; und das ergibt den für manche Zwecke, darunter den mir damals vorliegenden, wesentlichen Vorteil, daß man den Stehkolben viel kleiner nehmen kann. Wenn man diesen Vorteil voll ausnutzen will, empfiehlt es sich, nicht wie beim Soxhletapparat die ganze Extraktionsflüssigkeit in den Stehkolben zu geben, sondern auch den Extraktionsraum mit ihr zu füllen, entweder zu Anfang des Versuches oder durch den Kühler beim Beginn des Siedens.



Fig. 1.

Der so geschilderte Apparat hat eine konstruktive Schwäche: Wenn die Verdampfungsgeschwindigkeit aus irgendwelchen Ursachen wesentlich größer wird als die Filterungsgeschwindigkeit, kann die zurücklaufende Flüssigkeit den ganzen Querschnitt des Steigrohrs erfüllen; das Aufsteigen und die Abkühlung des Dampfes wird verhindert, der Extraktionsapparat wird abgeschleudert und die Flüssigkeit kann in Brand geraten. Bei kleinen Mengen oder bei stets beaufsichtigten Einzelversuchen hat man diese Gefahr nicht zu fürchten; bei größeren Mengen oder bei Massenuntersuchungen darf sie aber nicht eintreten. Für solche Zwecke muß man einen Apparat verwenden, bei dem zwei Rohre um die Glasfilterplatte herumführen: eins dient als Steigrohr für den Dampf, das andere als Rücklaufrohr für die überschießende Flüssigkeit (Fig. 2). Den Querschnitt des Überlaufrohrs wird man zweckmäßig kleiner machen als den des Steigrohrs; wesentlich ist, daß seine Eintrittsstellen sowohl oben wie unten tiefer

<sup>1)</sup> Z. ang. Ch. 38, 1014 [1925].