durch den man kurz zuvor kohlensäurefreie Luft saugt. Um Bildung von zwei Schichten zu vermeiden, fügt man 50 *ccm* (oder bei starkem Alkaliverbrauch mehr) säurefreien Alkohol hinzu und titriert dann mit $\frac{n}{40}$ Barytlauge und Phenolphthalein.

Ein Beispiel für die Verwendbarkeit seiner Methode gibt Vesterberg in einer weiteren Arbeit¹⁾ über die Hydrolyse von Kobalt- und Nickelazetat. Er fand, dass in $\frac{1}{2}$ äquivalentnormaler Lösung bei 18° Kobaltazetat zu 0,19%, Nickelazetat zu 0,43% hydrolysiert ist, so dass also hier deutlich bemerkbar wird, dass, wie zu erwarten, Kobalthydroxyd die stärkere Base ist.

2. Auf angewandte Chemie bezügliche Methoden, Operationen, Apparate und Reagenzien.

Von

W. Tetzlaff.

Neue Apparatformen für die chemische Laboratoriumspraxis bespricht C. Kippenberger²⁾.

Zunächst wird ein Apparat für die Behandlung fester Substanz mit gekühlter Extraktionsflüssigkeit beschrieben. Fig. 1. Diese befindet sich in dem durch einen eingeschliffenen Stopfen

Fig. 1.

verschlossenen Kolben a, ihr Dampf steigt beim Erhitzen durch die Ableitungsröhre b, welche mittels eines Quecksilberverschlusses f luftdicht eingesetzt ist, auf, gelangt in den Kühler c und fließt nach der Verdichtung in den gleichfalls mit eingeschliffenem Stopfen versehenen und das Extraktionsgut enthaltenden Glaszylinder d, welcher in einem schützenden Holzfuss g ruht. Ein in den Stopfen eingeschmolzenes Röhrchen e vermittelt die Kommunikation zwischen der Luft und dem Zylinderinneren. Aus d wird die Flüssigkeit durch ein angesetztes, zwecks Raumersparnis spiralförmig gewundenes Heberrohr abgesaugt und in den Kolben a zurückgeleitet. Der Zylinder d und das Heberrohr sind von einem für die Kühlung bestimmten Mantelgefäß umgeben; das bei h eintretende Kühlwasser verlässt den Mantel bei i, um sodann bei k in den Kühler c übergedrückt zu werden, aus welchem es bei l wieder abfließt. Ist die zu extrahierende Substanz feucht, so mischt man sie vor der

¹⁾ Ztschrft. f. anorg. Chem. 99, 22 (1917). — ²⁾ Ztschrft. f. angew. Chem. 29, I, 351 (1916).

Extraktion mit entwässertem neutralem Natriumsulfat und zerreibt das Gemenge zu einem feinen Pulver.

Eine andere, verfeinerte Form des Apparates ist die in Fig. 2 veranschaulichte. Sie ist unter dem Gesichtspunkt möglicherst Raumersparnis und Vermeidung der Bruchgefahr nach dem gleichen Prinzip wie die oben geschilderte Vorrichtung gebaut, besitzt aber noch einen das Dampfableitungsrohr *b* umgebenden Glasmantel, welcher eine warme, auf die aufsteigenden Dämpfe der Extraktionsflüssigkeit isolierend wirkende Luftschicht einschliesst. Ausserdem hat der Verfasser an dem Apparat oberhalb des Kolbens *a* einen das von den Kühlern abfliessende Kondensationswasser auffangenden Teller *g* angebracht. — Statt die Extraktion in der Kälte vorzunehmen, kann man in beiden Vorrichtungen die betreffende Substanz auch mit erwärmter Extraktionsflüssigkeit ausziehen, indem man einfach durch den Kühlmantel des Zylinders *d* und des Hebers auf die notwendige Temperatur erhitztes Wasser zirkulieren lässt.

Weiterhin erwähnt der Verfasser einen Apparat für die Behandlung fester Substanz mit Extraktionsflüssigkeit und mit Zwischenschaltung eines Reinigers der Extraktionsflüssigkeit. Im wesentlichen wie die oben beschriebenen Apparate gebaut, unterscheidet sich diese Vorrichtung von ihnen dadurch, dass die aus dem das Extraktionsgut enthaltenden Gefäss abgeheberte Flüssigkeit in einen Zylinder, welcher die die Reinigung bewirkende Substanz — in fester oder flüssiger Form — enthält, übergeführt wird. Das bis auf den Zylinderboden reichende Einleitungsrohr ist unten zu einer mit mehreren Öffnungen versehenen Kugel aufgeblasen, aus welchen nun die Extraktionsflüssigkeit in feiner Verteilung in die für die Reinigung bestimmte Substanz, z. B. Schwefelsäure zwecks Bindung mitextrahierter Basen, tritt. Durch einen seitlichen Stutzen des Reinigers mit anschliessendem Kühler fliesst schliesslich die Extraktionsflüssigkeit in den Kochkolben zurück.

Bei dem Perforator für die Verwendung einer Extraktionsflüssigkeit, die schwerer ist als Wasser (Fig. 3), steigen die Dämpfe dieser in dem Kolben *a* erhitzten Flüssigkeit, z. B. Chloroform, durch das Ableitungsrohr *b* in einen kleinen Zylinder und aus diesem in den Kühler *c*. Durch den kugelig erweiterten Teil seines Kühlrohrs wird ein Stossen der sich verdichtenden Dämpfe in der an die Kugel angeschmolzenen Spirale vermieden. Das Kondensat tropft aus dem Kühler in den kleinen, die zu perforierende Flüssigkeit enthaltenden Zylinder zurück und sinkt in ersterer bis in das kugelförmige

Fig. 2.

Ende des anschliessenden Ableitungsrohrs e unter, um von dort durch eine zunächst auf- und dann absteigende Röhre in den Kolben a zurückgelangen. In diesen letzteren Teil der Leitung ist ein kleiner Kühler f eingeschaltet, durch welchen eine wesentliche Erwärmung der abfliessenden Flüssigkeit durch die aus dem Kolben a entweichenden Dämpfe vermieden wird. Um den Apparat in Tätigkeit zu versetzen, bringt man zunächst in den kleinen Zylinder so viel von der spezifisch schwereren Flüssigkeit, dass die Kugel des Rohres e bis zu dem in der Figur gezeichneten Pfeil gefüllt ist, fügt dann die spezifisch leichtere Lösung hinzu und beginnt jetzt mit dem Erwärmen des Kolbeninhalts. Man reguliert so, dass aus dem Kühler c Tropfen für Tropfen abfällt, so dass die wässrige, zu perforierende Schicht ständig mit Tropfen durchsetzt ist, welche sich erst unten in der Kugel wieder vereinigen. — Die einzelnen Teile des Apparates sind durch Schliffe miteinander verbunden.

Fig. 3.

Schliesslich wird noch eine Absaugvorrichtung mit Absaugbecher empfohlen.

a (Fig. 4) ist ein Glaskörper, der im Innern die Abflussröhre für die Flüssigkeit enthält, während ein äusserer Mantel mit Seitenröhre die Verbindung mit der Saugpumpe ermöglicht. Mittels Schliffs wird der Absaugbecher, ein kleiner Glaszylinder, dessen Boden zum Teil aufgeblasen und durchlocht ist oder in einen kurzen, gleichfalls durchlochten Ablaufstutzen übergeht, eingesetzt. Als Filtermaterial dient Asbest. Infolge dieser Einrichtung wird bewirkt, dass weder

Fig. 4.

beim Zurücksteigen des Wassers aus der Saugpumpe dasselbe an den Becher gelangt, noch Verluste durch Abziehen des Filtrats nach der Pumpe hin eintreten. Setzt man den ovalen Glaskörper statt in einen gewöhnlichen Kolben in eine Saugflasche ein und verschliesst deren Ansatzrohr durch einen Gummischlauch mit Glasstab, so ermöglicht diese kleine Abänderung eine bequeme Arbeitsweise, da man nur den Gummiverschluss abzunehmen oder aufzusetzen braucht, um die Filtration zu unterbrechen oder wieder in Gang zu bringen, ohne dass es nötig ist, die Saugpumpe selbst jedesmal ab- oder anzustellen.