getrieben wird, Jod verliert, so kann Jodkalium nicht wie Chlorkalium in der Weise getrocknet werden, dass man es zum gelinden Glühen erhitzt, weil man in dem Falle nicht reines Jodkalium erhält.

II. Die einzige Art Jodkalium zu trocknen scheint also zu sein: es bis auf etwa 180° C. im Luftbade so lange zu trocknen, bis das Gewicht constant bleibt. Geht man beim Trocknen weit über 200°, so riskirt man, dass sich jodsaures Kali bildet.

Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie.

I. Allgemeine analytische Methoden, analytische Operationen, Apparate und Reagentien.

Von

W. Casselmann.

Einen Apparat für Gasanalysen hat H. Mc. Leod*) beschrieben und dabei angeführt, dass derselbe nur eine Modification des von Frankland und Ward**) construirten darstelle. Im Wesentlichen hat er einerseits mit letzterem Apparate und andererseits mit demjenigen, welcher von Frankland***) speciell zur Bestimmung der bei Analysen von natürlichen Wassern vorkommenden Gase empfohlen wurde, so viel Uebereinstimmendes, dass wir hier nur auf die Mittheilungen des Verf's. aufmerksam machen wollen und bezüglich der Specialitäten des Apparates auf die Originalabhandlung verweisen.

Einen Apparat zur Bestimmung der in Brunnenwassern etc. enthaltenen Gasmengen hat Herbert Mc. Leod†) beschrieben. Derselbe ermöglicht die Aufsammlung der aus dem Wasser ausgetriebenen Gase, ohne dass sie irgendwie mit kaltem Wasser in Berührung kommen, welches die Kohlensäure absorbiren könnte, und die Austreibung des Sauerstoffs bei einer Temperatur, welche hinreichend niedrig ist, um einer Einwirkung desselben auf in dem Wasser gelöste organische Stoffe vorzubeugen. — Der Apparat besteht aus drei Theilen: aus der Messröhre

*) Journ. of the chem. soc. [II.] Bd. 7, p. 313.

**) Quart. Journ. of the chem. soc. Bd. 6, p. 197. Handwörterb. d. Chem. 2. Aufl., Bd. 1, p. 955.

***) Journ. of the chem. soc. [II.] Bd. 6, p. 109. Diese Zeitschr. Bd. 8, p. 445.

†) Journ. of the chem. soc. [II.] Bd. 7, p. 307.

Fig. 9.

aus einem Gefäß, in welchem die Erhitzung des Wassers stattfindet, und aus einer Sprengel'schen Quecksilber - Luftpumpe für die Aufsammlung der aus dem Wasser ausgetriebenen Gase.

Das Messgefäß besteht aus einer eingetheilten Pipette A, Fig. 9, welche 100 CC. Inhalt hat und an ihrem unteren Ende mit einem Quecksilbergefäß B durch einen Kautschukschlauch in Verbindung steht, welcher hinlängliche Länge besitzt, um die Hebung des Gefäßes über die höchste Spitze der Pipette zu gestatten. Andererseits ist an letztere ein Stück einer engeren Glasröhre angelöthet, welche bei a nochmals verengert und über dieser Verengung in einem stumpfen Winkel gebogen ist. Unter der Verengung ist eine andere, an der Verbindungsstelle möglichst enge Röhre angelöthet, welche durch einen mit dem Compressionshahn c versehenen Kautschukschlauch mit der en-

gen Röhre C in Verbindung steht. Letztere ist so gebogen, dass ihre längere Partie fast senkrecht herabhängt.

Die Flasche D, in welcher die Erhitzung des Wassers ausgeführt wird, besteht aus einer dünnwandigen Glaskugel von ungefähr 150 CC. Inhalt mit zwei Oeffnungen, an deren untere die ungefähr 800 Millimeter lange Glasröhre E angefügt ist, und deren obere in eine weitere Röhre ausläuft. An letztere ist ein Glashahn F angelöthet, welcher durch eine kurze, mit Draht umwickelte Kautschukröhre mit der Röhre an der Spitze des Messgefäßes in Verbindung steht. Die Glasröhren stoßen innerhalb des Kautschukrohres möglichst dicht an einander. Das obere Ende der weiteren Röhre an D läuft in eine engere Röhre aus, welche durch ein mit Quecksilber umgebenes Kautschukschlauchstück N mit einer zweiten

Flasche G, von ungefähr derselben Capacität wie D, verbunden ist. Die Einhüllung mit Quecksilber kann in der Weise ausgeführt werden, dass ein zweites, weiteres, unten mittels eines durchbohrten Stopfens auf dem Glasrohr befestigtes Kautschukschlauchstück angebracht ist, welches das Metall aufnimmt und, eines später zu erwähnenden Zweckes wegen, oben trichterförmig erweitert und auch an der Seite mit einem längeren Kautschukschlauch versehen ist. Die Röhre am unteren Theil von G darf nur 1 Millimeter weit sein. Am oberen Ende ist an G ein Glashahn ange-
löthet, der durch einen mit Glycerin umgebenen Kautschukschlauch mit der Sprengel'schen Luftpumpe in Verbindung steht.

Die untere Kugel D steht in einer umgestülpten dreihalsigen Woulf'schen Flasche, deren Boden abgesprengt ist, und durch deren mittelsten Tubulus das Rohr E hindurchgeht, während die beiden anderen Tubulus durch ein Metallrohr mit einander in Verbindung stehen, in welches ein Thermostat M eingeschaltet ist. Die Woulf'sche Flasche ist mit Wasser gefüllt, welches durch eine unter das Metallrohr gestellte Gasflamme erhitzt wird. An das untere Ende der Röhre E ist ein enger, mit schmalem Band umwickelter Kautschukschlauch J befestigt, der lang genug ist, um eine Erhebung des Gefässes K auf die Höhe des Gefässes G zu ermöglichen. Die Reservoirs K und B sind mittels Bindfaden aufgehängt, so dass sie leicht auf und nieder bewegt werden können. Mit E und J setzt man zweckmässig noch die senkrechte Glasröhre L, welche oben offen ist, in Verbindung, damit man einen Indicator für den Druck hat, der in D und G herrscht, wenn der Quetschhahn von J geschlossen ist.

Zur Füllung des Apparates mit Quecksilber giesst man letzteres in das Gefäss B, welches dann gehoben wird, bis das Metall die Messröhre ausgefüllt hat und aus der Röhre C auszufließen beginnt. Hierauf schliesst man den Quetschhahn c, lässt aber das Quecksilber noch weiter steigen bis es in die Flasche D eintritt, worauf auch der Hahn F geschlossen wird. In das Gefäss K wird ebenfalls Quecksilber eingetragen, um bei geöffnetem Quetschhahn J und unter Mithilfe der in Thätigkeit gesetzten Sprengel'schen Luftpumpe D, G und H mit Quecksilber anzu-
zufüllen, worauf man den Hahn über G schliesst.

Das zu prüfende Wasser wird nun mit Hilfe der eingetheilten Pipette abgemessen, indem man das Rohr C in die Flasche, worin es enthalten ist, einführt und nach geeignetem Niederlassen des Gefässes B den Quetschhahn c vorsichtig öffnet, damit das Wasser nicht zu rasch in das Messgefäss einströmt, was bei gasreichem Wasser eine Entbindung von

Gas und einen Fehler bei der Messung der Wassermenge zur Folge haben könnte. 100 CC. Wasser bilden eine passende Quantität, mitunter genügt auch noch weniger. Der Quetschhahn c wird dann geschlossen und das Reservoir B emporgezogen.

In G und D wird nun ein leerer Raum dadurch erzeugt, dass man das Reservoir K so weit herablässt bis in D nur eine geringe Quecksilbermenge zurückgeblieben ist, worauf man den Quetschhahn J schliesst und das Reservoir wieder emporzieht. Oeffnet man sodann den Hahn F, so tritt das Wasser aus der Messröhre in das Gefäss D, welches, nachdem wenige Quecksilbertropfen dem Wasser gefolgt sind, mittels des Hahnes F wieder abgeschlossen wird. Das Wasser in der Woulf'schen Flasche wird so genau wie möglich in einer Temperatur von 50° erhalten, was man mit Hilfe des Thermostates M — der übrigens noch ein in der Abbildung weggelassenes Thermometer enthält — erreichen kann. Nachdem das Wasser eine halbe Stunde in dieser Temperatur gehalten worden, ist fast aller Sauerstoff, der von dem Wasser aufgelöst war, ausgetrieben, was nöthig erscheint, ehe die Temperatur noch weiter erhöht wird, um zu vermeiden, dass die organischen Stoffe in dem Wasser von dem Sauerstoff absorbiren.

Um nun das entwickelte Gas in die Sprengel'sche Pumpe zuzuführen, wird der Quetschhahn von J und ebenso der Glashahn über dem Gefässe G geöffnet. Nachdem das Wasser bis an diesen Glashahn emporgestiegen ist, wird derselbe geschlossen und das Reservoir K nochmals herabgelassen, um in den Gefässen G und D wieder ein Vacuum über dem Wasser zu erzeugen, worauf das Reservoir wieder gehoben wird, um das auf's Neue entwickelte Gas der Pumpe zuzuführen. Ist hierbei das Wasser bis an den Glashahn emporgestiegen, so wird letzterer geschlossen und durch abermaliges Senken des Reservoirs K das Wasser wieder nach D übergeführt. Das Wasser in der Woulf'schen Flasche wird nun möglichst stark erhitzt, während man auf ein um das Gefäss G herumgelegtes Stück Zeug einen Strom kaltes Wasser leitet, welches beim Abfließen von dem trichterförmigen Kautschukrohr unter letzterem Gefässe aufgenommen und durch dessen Kautschukschlauch abgeführt wird. Das Wasser in D destillirt nun sehr rasch nach G über, ohne dass es durch die enge Verbindungsröhre wieder nach D zurückfliessen kann. — Vor Beginn der Destillation ist es aber zweckmässig, die Röhre H mit Quecksilber zu füllen, was sich erreichen lässt, wenn man das Quecksilber sehr rasch durch die Sprengel'sche Pumpe hindurchfliessen lässt, wobei etwas davon in die Röhre eintritt. — Wenn das Wasser

aus der unteren Flasche vollständig überdestillirt ist, lässt man Quecksilber in letztere eintreten und zieht das Gas, wie angegeben, durch die Pumpe aus. — Um sicher zu sein, dass alle Kohlensäure des Wassers hierbei erhalten ist, führt man letzteres wieder in das Gefäß D zurück, hält es noch einige Minuten in der Siedehitze und verfährt weiter, wie angegeben.

Fig. 10.

Die Form, in welcher der Verf. die Sprengel'sche Luftpumpe anwendet, ist durch Fig. 10 veranschaulicht. Eine starkwandige Glasröhre A, von ungefähr 8 Fuss Länge und 1 Millim. innerem Durchmesser, ist an einer 3 Fuss vom einen Ende entfernt liegenden Stelle so scharf wie möglich umgebogen, so dass zwei Schenkel entstehen, welche an zwei Stellen durch Umwicklung mit Kupferdraht eine erhöhte Festigkeit erhalten. An der Biegung ist eine Glasröhre angelöthet; welche durch ein mit Glycerin umgebenes Kautschukschlauchstück P mit der Röhre H des beschriebenen Apparates in Verbindung gesetzt wird. Das Ende des längeren Schenkels ist so gebogen, wie es für die Aufsammlung des Gases erforderlich ist, während der kürzere Schenkel mit der Zufuhrsöhre durch einen mit schmalen Band umgebenen Kautschukschlauch in Verbindung steht. Zwischen den beiden letzteren befindet sich noch eine Vorrichtung, welche die Bestimmung hat, alle Luft aufzunehmen, welche das Quecksilber

mit fortreißen könnte. Bei dieser Einrichtung ist die Pumpe selbst frei beweglich und braucht dieselbe nur durch einen oben angebrachten Träger gehalten zu werden, während die für die Aufsammlung des Gases bestimmte Röhre in der Quecksilberwanne bleibt. Es gelingt mit dem Apparat die Luft bis auf $\frac{1}{516666}$ Theil ihres Volumens auszupumpen.

Bei sorgfältigem Arbeiten gehen mit den Gasen nur so geringe Mengen flüssigen Wassers über, dass dieselben in der Regel nur ausreichen, die Wandung des zu ihrer Aufsammlung dienenden Gefäßes zu befeuchten, eine Menge, welche keinen wahrnehmbaren Verlust an Kohlen-

säure zu begründen vermag. — Das bei 50^0 übergehende Gas kann für sich allein oder auch nach Zutritt des durch die Destillation ausgetriebenen untersucht werden. Der Verf. hatte erwartet, dass bei der Austreibung der Gase in zwei verschiedenen Temperaturen, die nur aufgelösten Gase sich von denjenigen trennen lassen würden, welche in chemischer Verbindung sind; allein der saure kohlensaure Kalk scheint schon bei 50^0 eine Zersetzung zu erleiden und andererseits finden sich eben so constant geringe Mengen von Stickstoff und Sauerstoff in denjenigen Partien der Gase, welche erst bei der Destillation frei werden, wie auch bei einem mit einer Auflösung von Kohlensäure in Wasser ausgeführten Versuch in 30 Min. bei 50^0 nur ein Theil, freilich fast $\frac{19}{20}$, des Gases ausgetrieben wurde. Der zweifach kohlensaure Kalk wird aber auch in der Siedhitze schwierig vollständig zer-

Fig. 11.

setzt; selbst als diese Temperatur zwei oder drei Stunden lang erhalten wurde, entwickelte sich nicht alle Kohlensäure.

Bezüglich einiger vom Verf. ausgeführten Analysen von Gasen, die nach dem beschriebenen Verfahren aus natürlichem Wasser erhalten waren, verweisen wir auf die Originalabhandlung.

Büretten. A. Gawalovsky *) empfiehlt eine Heberbürette, welche sich von den meisten für leicht oxydirbare Flüssigkeiten gebräuchlichen Büretten dadurch unterscheidet, dass sie weder eine Neigung und Abwartung des Ruhepunktes vor dem Ablesen, noch ein Blasen mit dem Munde oder einen Druck auf einen Ballon erforderlich macht, welche letztere Operationen immerhin einige Uebung verlangen.

In der nebenstehenden Abbildung, Fig. 11, stellt A das eingetheilte unten geschlossene Rohr dar. Durch den Kork d gehen zwei Röhren, die als Heber wirkende Steigröhre a b c, deren in die Röhre A hineinragender Theil bei der Theilung der letzteren in Berücksichtigung gezogen werden muss, und die Röhre e f g. Bei c ist erstere Röhre in eine dünne Ausflussspitze ausgezogen.

Die bei m angebrachte Biegung nach auswärts hat die Bestimmung, den Ausfluss freier zu gestalten. Die Einrichtung der beiden Röhren e f g k und h i mit ihrer Quetschhahnverbindung ist aus der Zeichnung ohne Beschreibung verständlich. Ist nach Hinwegnahme des Korkes die Bürette z. B.

*) Zeitschr. f. Chem. [N, F.] Bd. 6, p. 129.