

ablesen. Zur Ermittlung des Erstarrungspunktes bringt man das Hartblei in einem kleinen Porzellantiegel zum Schmelzen, taucht das Thermometer in die flüssige Legierung und rührt um, bis diese anfängt zu erstarren; nunmehr liest man Temperatur und Antimongehalt ab. Eine derartige Bestimmung nimmt noch nicht fünf Minuten in Anspruch, sie ist bei niedrigem Antimongehalt auf 0,1⁰/₀ genau. Bei Legierungen mit zirka 10⁰/₀ Antimon beträgt die Abweichung vom wahren Wert höchstens 0,4⁰/₀, eine Differenz, die für praktische Zwecke vernachlässigt werden kann. Mit Rücksicht darauf, dass der Erstarrungspunkt eines Hartbleies mit 14⁰/₀ Antimon wieder höher liegt als bei einem solchen mit 13⁰/₀ Antimon, es sich also nicht entscheiden lässt, ob eine Legierung 12 oder 14⁰/₀ Antimon enthält, geht die Prozentskala des Thermometers nur bis 10⁰/₀.

Neuerdings hat K. Friedrich¹⁾ das Verfahren einer Nachprüfung unterzogen und gefunden, dass die Zahlen bis 8⁰/₀ Antimon recht gut auf reine Blei-Antimon-Legierungen stimmen. Tagelange Erhitzung der Hartbleiprobe oder wiederholtes rasches Erhitzen und Abkühlen bedingt nur geringe Abweichungen.

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

Von

W. Tetzlaff.

Einen Apparat zur Schwefelbestimmung in Stahl und Eisen hat G. Preuss²⁾ konstruiert. Bei diesem Apparat, welcher eine vereinfachte Form eines bereits früher beschriebenen³⁾ darstellt, wird wie dort mit konzentrierter Salzsäure gearbeitet, deren Anwendung nach den Verhandlungen der Chemikerkommission von 1908 genauere Resultate herbeiführt. Das zur Kondensation der Salzsäuredämpfe dienende, im Kühler befindliche Gefäß des alten Apparates fällt fort und wird durch folgende, gleichfalls in den Kühler eingebaute Einrichtung ersetzt. Der Kühler, von Zylinderform, ist wie üblich in den Hals des Zersetzungsgefäßes eingeschliffen und besitzt im Boden eine Öffnung, an welche

1) Metallurgie **9**, 446; durch Chemiker-Zeitung **36**, R. 475.

2) Chemiker-Zeitung **37**, 82.

3) Vergl. diese Zeitschrift **50**, 707 (1911).

ein in Schlangenwindungen aufwärts steigendes Rohr angeschmolzen ist. Oben biegt dieses Rohr wieder nach unten um und führt bis fast zum Boden des Kühlers hinab. Die obere Mündung des Kühlers ist durch einen Hohlstopfen verschlossen, an welchen sich ein zweimal rechtwinklig gebogenes Rohr anschliesst, das in die in einem Becherglase befindliche Absorptionsflüssigkeit von Kadmiumazetat (40 *ccm*) führt.

Nachdem die zu untersuchende Substanz in den Kolben eingewogen ist, fügt man Salzsäure hinzu und setzt den vorher zur Hälfte mit kaltem Wasser angefüllten und mit dem Hohlstopfen verschlossenen Kühler in den Kolben ein, wobei man Sorge trägt, dass das Gasableitungsrohr in die Kadmiumlösung taucht. Hierbei ist ein Entweichen des sich entwickelnden Schwefelwasserstoffs ausgeschlossen. Erwärmt man nun den Kolben mit kleiner Flamme, so strömen die auftretenden Gase durch die Öffnung des Kühlers in das Schlangenrohr, steigen in diesem empor, wobei sie gekühlt werden, und gelangen dann abwärts in das im Kühler enthaltene Wasser, welches die Salzsäuredämpfe absorbiert. Schliesslich entweichen die Gase durch den Hohlstopfen des Kühlers und das anschliessende Rohr in die Kadmiumlösung. Eine Bestimmung ist in 20 Minuten ausführbar.

Der Apparat kann von der Gesellschaft für Laboratoriumsbedarf, Bernhard Tolmacz & Co., Berlin N. W. 6, Luisenstrasse 59, bezogen werden.

Einen Apparat zur Entfernung der Säuredämpfe bei Kjeldahlbestimmungen beschreibt Paul Wagner¹⁾. Die für eine grössere Anzahl auszuführender Bestimmungen konstruierte Vorrichtung besteht aus einem Hartbleirohr von etwa 190 *cm* Länge und etwa 12 *cm* Durchmesser, welches in dem Abzugsraum in horizontaler Lage über dem die Kjeldahlkolben tragenden Brennergestell angebracht ist. In dieses Rohr werden soviel runde, durch überfallende Klappen verschliessbare Öffnungen eingeschnitten, als Kolben vorgesehen sind, deren Mündungen man nun während des Aufschlusses mit Schwefelsäure in die Öffnungen einlegt. In den Fällen, in denen nicht alle Kjeldahlkolben Verwendung finden, sind natürlich die nicht benutzten Öffnungen des Bleirohres zu verschliessen. Ausserhalb des Abzuges setzt sich das eine Ende des Bleirohres in ein Steingutrohr fort, in welches eine Druckwasserbrause eingebaut ist. Mit Hilfe dieser werden die aus den

¹⁾ Chemiker-Zeitung 36, 1438.