

deren Erörterung für den Augenblick nicht erforderlich ist, kann als wahrscheinlich gefolgert werden, dass das Auftreten der Melitriose in den Rüben in Beziehung steht zu der Bildung des Samentriebes dieser Pflanze. Die Rübe besitzt eine zweijährige Vegetationsdauer, so zwar, dass sie gewöhnlich erst im zweiten Jahre den Samenschössling treibt und Samen trägt. Unter günstigen Umständen aber schosst die Rübe schon im ersten Jahre, und der Zuckerfabrikant verarbeitet dann geschosste Rüben in mehr oder weniger grosser Menge. Wir behalten uns vor, im kommenden Herbst geschosste und nicht geschosste Rüben derselben Felder möglichst verschiedener Gegenden zu untersuchen, um festzustellen, ob die vorhin genannte Beziehung vorhanden ist.

Im Vorstehenden haben wir überall den Namen Raffinose für die hier besprochene Zuckerart durch die Bezeichnung Melitriose ersetzt; es erscheint uns dies in zweifacher Beziehung geboten. Bisher ist es Sitte und Gebrauch, den von dem ersten Entdecker eines Körpers gewählten Namen beizubehalten, in vorliegendem Falle also den Namen Melitose, den Berthelot dem Zucker beilegte und den wir nur in Melitriose, entsprechend einer früher empfohlenen Nomenclatur ¹⁾ umgeändert haben. Abgesehen hiervon verleitet der Name Raffinose zu der irrigen Vorstellung, dass der Zucker beim Raffinirprocess entstehe, was zuverlässig nicht der Fall ist. Wir empfehlen aus diesem Grunde die Benutzung der von uns gewählten Bezeichnung.

321. Wilh. Vaubel: Ueber das Verhalten des Natriumthiosulfats gegen Säuren, insbesondere gegen Schwefelsäure und Salzsäure.

[Mittheilung aus dem Universitätslaboratorium des Prof. Naumann zu Giessen.]

(Eingegangen am 26. Juni.)

1. Allgemeines Verhalten des Natriumthiosulfats gegen Säuren.

Im Allgemeinen nimmt man an, dass das Natriumthiosulfat, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3, 5\text{H}_2\text{O}$, durch Säuren in der Weise zersetzt wird, dass sich das der Säure entsprechende Natriumsalz, Wasser, Schwefeldioxyd und Schwefel bilden. Die gelegentliche auffällige Beobachtung, dass sich bei der Behandlung mit einigen Säuren auch grössere oder ge-

¹⁾ Scheibler, diese Berichte XVIII, 646.

ringere Mengen von Schwefelwasserstoff bilden, wurde die Veranlassung zu einer eingehenden Untersuchung des Verhaltens des Natriumthiosulfats gegen verschiedene Säuren bezw. Säureanhydride. Auch Foussereau ¹⁾ hat über die Einwirkung von Säuren auf Hyposulfite gearbeitet, aber das hier behandelte Verhalten nicht berührt, sondern sich auf die Bestimmung der unter verschiedenen Umständen unzersetzt bleibenden Mengen von Natriumthiosulfat aus der Beobachtung des elektrischen Leitvermögens beschränkt.

Ganz reines Natriumthiosulfat, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, wurde der Einwirkung verschiedener Säuren ausgesetzt. Mehrere Säuren, die sowohl in verdünnter, als auch in concentrirter Lösung mit festem Natriumthiosulfat zusammen gebracht wurden, gaben in der Kälte wie auch beim Erhitzen nur Schwefeldioxydentwicklung und Ausscheidung von Schwefel. Es sind dies folgende: Ameisensäure, Essigsäure, Bernsteinsäure, Citronensäure, Chlorwasserstoffsäure, Bromwasserstoffsäure, Jodwasserstoffsäure, Fluorwasserstoffsäure, Salpetersäure, schweflige Säure, Dithionsäure, verdünnte Schwefelsäure und Phosphorsäure.

Eine ganze Reihe anderer Säuren gab aber mit Natriumthiosulfat ausser der Entwicklung von Schwefeldioxyd und der Ausscheidung von Schwefel auch noch grössere oder geringere Mengen von Schwefelwasserstoff. Es sind dies folgende Säuren: 1. Wässrige Blausäure gab beim Erhitzen mit dem festen Salz ziemlich starke Entwicklung von Schwefelwasserstoff. 2. Buttersäure gab schwache Entwicklung von Schwefelwasserstoff. 3. Oxalsäure lieferte beim Erhitzen mit Natriumthiosulfat nur geringe Mengen von Schwefelwasserstoff. 4. Durch Weinsäure wurde nur eine kaum merkliche Entwicklung von Schwefelwasserstoff hervorgerufen. 5. Kieselfluorwasserstoffsäure gab beim Erhitzen mit festem Natriumthiosulfat mässige, in der Kälte schwache Entwicklung von Schwefelwasserstoff. 6. Kohlendioxyd wurde in eine Lösung von Natriumthiosulfat geleitet. Es wurden beim Erhitzen der Lösung Spuren von Schwefelwasserstoff beobachtet, nachdem geraume Zeit Kohlendioxyd eingeleitet worden war. 8. Verdünnte Schwefelsäure giebt, wie schon oben erwähnt wurde, nur Entwicklung von Schwefeldioxyd und Ausscheidung von Schwefel. Bei Anwendung einer Säure von 84.1 pCt. Schwefelsäure zeigen sich jedoch deutlich erkennbare Mengen von Schwefelwasserstoff, die mit der Concentration der Schwefelsäure immer mehr zunehmen und bei ganz concentrirter Säure sehr stark auftreten.

¹⁾ Diese Berichte 1887, XX, Ref. 536.
Diese Berichte 1889, XXII, Ref. 49.

2. Zersetzung des Natriumthiosulfats durch Schwefelsäure.

Die Einwirkung der Schwefelsäure auf das Natriumthiosulfat wurde eingehend untersucht und die Menge des entstehenden Schwefeldioxyds bezw. Schwefelwasserstoffs, sowie die des Schwefels und der nach Beendigung des Versuchs noch freien Schwefelsäure bestimmt. Es wurde immer zehnmal soviel Schwefelsäure angewandt, als zur Zersetzung des Natriumthiosulfats nach folgender Gleichung berechnet wurde:



Dies geschah deshalb, weil mit der Menge der angewandten Säure auch die Menge des entstehenden Schwefels und Schwefeldioxyds wechselte. Bei Anwendung einer der obigen Gleichung entsprechenden Menge von Schwefelsäure schien die Umsetzung keine vollständige zu sein; erst bei Anwendung einer 6- bis 8 mal so grossen Menge von Schwefelsäure konnten Vergleiche zwischen den einzelnen Ergebnissen angestellt werden, da alsdann die mit Schwefelsäure der nämlichen Concentration erhaltenen Mengen von Schwefeldioxyd stets denselben Betrag hatten. In den folgenden Angaben sind dieselben immer in Procenten der nach obiger Umsetzungsgleichung theoretisch berechneten Mengen ausgedrückt worden.

Bei Anwendung einer Säure von 21.8 pCt. Schwefelsäure wurden z. B. folgende Mengen von Schwefeldioxyd gefunden:

	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 +$				
	$1\text{H}_2\text{SO}_4$	$2\text{H}_2\text{SO}_4$	$3\text{H}_2\text{SO}_4$	$5\text{H}_2\text{SO}_4$	$10\text{H}_2\text{SO}_4$
Schwefeldioxyd	46.25	73.97	72.47	74.2	74.8 pCt.
»	—	74.51	73.60	—	— »

Die Anwendung einer Säure von 30 pCt. Schwefelsäure lieferte folgende Ergebnisse:

	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 +$		
	$4\text{H}_2\text{SO}_4$	$8\text{H}_2\text{SO}_4$	$10\text{H}_2\text{SO}_4$
Schwefeldioxyd	75.11	81.9	82.64 pCt.

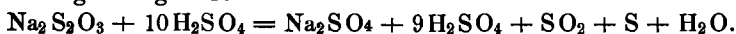
Die Versuche über die Einwirkung der Schwefelsäure auf das Natriumthiosulfat wurden in folgender Weise ausgeführt. Die abgewogene Menge des Natriumthiosulfats wurde in einen Literkolben gebracht, der durch einen zweifach durchbohrten Kork fest verschlossen war. Durch die eine Oeffnung des Korks führte eine durch einen Hahn verschliessbare Trichterröhre bis auf den Boden des Gefässes; durch die andere Oeffnung führte eine Ableitungsröhre zu mehreren hintereinander eingeschalteten Waschflaschen, in denen das bei der Umsetzung entstehende Schwefeldioxyd durch Wasser absorbirt wurde. Bei diesen Versuchen wurde nicht erhitzt, da sich sonst der entstehende Schwefel mit der freien Schwefelsäure umgesetzt haben würde. Erst nachdem nach zweistündiger Einwirkung der Schwefelsäure sämtliches Natriumthiosulfat zersetzt war, was durch besondere Versuche

nachgewiesen wurde, wurden die Mengen des Schwefeldioxyds und der Schwefelsäure in nachher beschriebener Weise bestimmt. Die abgemessene Menge Schwefelsäure wurde durch die Trichterröhre zu dem Natriumthiosulfat gebracht. Nach Beendigung der Umsetzung wurde durch die Trichterröhre der Literkolben ganz mit luftfreiem Wasser angefüllt, um sämtliches Schwefeldioxyd in Wasser absorbirt zu erhalten. Darauf wurden die schwefelige Säure und die Schwefelsäure maassanalytisch bestimmt. Die Menge des entstandenen Schwefels konnte nicht bei der in dem Kolben vorgenommenen Umsetzung bestimmt werden, da Verluste unvermeidlich waren. Deshalb wurde zur Bestimmung des Schwefels ein besonderer Versuch von gleicher Dauer angestellt, indem das Natriumthiosulfat mit der Schwefelsäure in einem Becherglase zusammengebracht wurde. Nach Beendigung der Umsetzung wurde die Schwefelsäure und die noch im Wasser absorbirt gebliebene schwefelige Säure durch Natronlauge neutralisirt, darauf Salzsäure hinzugefügt und erhitzt, um den Schwefel zusammenzuballen. Darauf wurde der Schwefel auf ein bei 110° getrocknetes und gewogenes Filter gebracht, getrocknet und gewogen. Ausgewaschen wurde der Schwefel nur mit Salzsäure.

Bei Anwendung von 10 g Natriumthiosulfat, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, giebt die Umsetzungsgleichung:



2.58 g Schwefeldioxyd und 1.29 g Schwefel. In der unten folgenden Tabelle sind die Procente dieser Mengen angegeben, welche durch Einwirkung der 10fachen Menge der Schwefelsäure von verschiedener Concentration wirklich erhalten wurden. Es würden also immer 9 Mol. freier Schwefelsäure zurückbleiben, wenn die Umsetzungs-gleichung richtig wäre:



Die Menge dieser 9 Moleküle überschüssiger Säure wurde ebenfalls = 100 gesetzt, so dass also die Tabelle die hierauf bezogenen Procente an gesammter freier Schwefelsäure angiebt.

	Gehalt der angewandten Säure an H_2SO_4 in Procenten.	Menge der erhaltenen SO_2 in Procenten.	Menge des erhaltenen S in Procenten.	Menge der freien H_2SO_4 in Procenten.
1	20	73.9	100.11	98.17
2	30	82.6	92.21	98.87
3	40	—	96.71	105.97
4	50	85.7	104.34	106.01
5	60	85.3	102.90	107.15
6	70	84.8	109.60	110.50
7	80	85.2	95.86	109.6
8	90	92.0	99.40	109.2
9	100	45.4	9.15	110.60

Bei den Versuchen 1—7 nimmt die Menge des Schwefeldioxyds langsam zu; bei der Anwendung einer Säure von 90 pCt. Schwefelsäure steigt sie plötzlich bis 92 pCt., während bei Anwendung einer Säure von 100 pCt. Schwefelsäure nur 45.36 pCt. Schwefeldioxyd vorhanden sind. Dabei ist noch zu berücksichtigen, dass bei Anwendung einer Säure von 90 pCt. und 100 pCt. Schwefelsäure auch Schwefelwasserstoff entsteht, dass also auch wahrscheinlich noch Schwefelwasserstoff in Lösung ist, der sich noch nicht mit dem Schwefeldioxyd und der Schwefelsäure umgesetzt hat. Die Menge dieses Schwefelwasserstoffs ist dabei gleichzeitig mit dem Schwefeldioxyd durch $\frac{1}{10}$ Normaljodlösung titriert worden, also in den oben für Schwefeldioxyd angegebenen Zahlen der beiden letzten Reihen als Schwefeldioxyd mit eingerechnet. In keinem einzigen Falle erreicht jedoch die Menge dieses gesammten Schwefeldioxyds die nach der Umsetzungsgleichung zu erwartende Zahl. Es kann also die Zersetzung des Natriumthiosulfats nicht vollständig nach der oben angeführten Umsetzungsgleichung erfolgen.

Die in den 8 ersten Reihen für den Schwefel angegebenen Zahlen zeigen starke Schwankungen, die sich wohl theilweise auf Versuchsfehler zurückführen lassen. Aeusserst auffällig ist jedoch die niedrige Procentzahl des bei Anwendung einer Säure von 100 pCt. Schwefelsäure entstehenden Schwefels. Auch dies zeigt wieder, dass die Zersetzung der durch die Einwirkung der Säure frei werdenden Thioschwefelsäure nicht so vor sich geht, dass dieselbe in Schwefeldioxyd, Schwefel und Wasser zerfällt. In den 8 ersten Reihen sind die Procentzahlen des Schwefels zur Hälfte über 100; dies kann nur dadurch bewirkt sein, dass sich noch freier Schwefel auf eine andere, später zu erörternde Weise, als die Umsetzungsgleichung angeibt, bildet; dass in der 2., 3. und 7. Reihe nicht die Zahl 100 erreicht wurde, liegt wohl an der immer mit Verlusten verbundenen Bestimmung des Schwefels, da derselbe zum Theil schon mit Wasserdämpfen flüchtig ist.

Die Menge der freien Schwefelsäure zeigt ein fortwährendes Ansteigen und ist in den 7 letzten Reihen über 100 pCt. Bei der Anwendung einer Säure von 100 pCt. Schwefelsäure erreicht die Menge der freien Schwefelsäure ihren höchsten Stand, während gleichzeitig die Menge des Schwefels auf 9 pCt. und die des Schwefeldioxyds bis auf 45 pCt. herunter geht. Es müssen also bestimmte Wechselwirkungen zwischen den durch die Zersetzung der Thioschwefelsäure zunächst entstehenden Producten und der Schwefelsäure stattfinden.

Diese Verhältnisse sowie das Auftreten von freiem Schwefelwasserstoff finden ihre Erklärung in der durch die nachher beschriebenen Beobachtungen gestützte Annahme, die Thioschwefelsäure zerfalle bei ihrem Freiwerden in Schwefelwasserstoff und Schwefeltrioxyd.

Demnach gehen die Umsetzungen in folgender Weise vor sich:

1. $\text{H}_2\text{S}_2\text{O}_3 = \text{H}_2\text{S} + \text{SO}_3$.
2. $\text{H}_2\text{S} + \text{H}_2\text{SO}_4 = \text{S} + \text{SO}_2 + 2 \text{H}_2\text{O}$.
3. $2 \text{H}_2\text{S} + \text{SO}_2 = 3 \text{S} + 2 \text{H}_2\text{O}$.

Die Ausscheidung von Schwefel und die Entwicklung von Schwefeldioxyd beruhen alsdann auf einer secundären Bildung.

3. Zersetzung des Natriumthiosulfats durch Salzsäure.

Zur Bestätigung dieser Anschauung über die Zersetzung der freien Thioschwefelsäure wurde das Verhalten des Natriumthiosulfats gegen Salzsäure untersucht. Es entstehen dabei immer kleine Mengen von Schwefelsäure, was sehr für obige Annahme spricht. Die Versuche wurden in derselben Weise angestellt, wie bei der Schwefelsäure.

Eine Säure von 20 pCt. Chlorwasserstoff gab beim Erhitzen mit Natriumthiosulfat keine übereinstimmenden Resultate. Die Mengen des erhaltenen Schwefeldioxyds wechselten vielmehr sehr stark, was wohl seinen Grund in dem ungleichmässigen Erhitzen hat. So wurden z. B. folgende Werthe bei Anwendung der Säure von 20 pCt. Chlorwasserstoff gefunden:

	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 +$				
	1 HCl	2 HCl	3 HCl	5 HCl	10 HCl
Schwefeldioxyd	80.38	96.79	88.12	91.51	82.7 pCt.

Bei Wiederholung derselben Versuche, wobei alsdann nicht erhitzt wurde, sondern die schwefelige Säure erst nach einer Einwirkungs-dauer von 2 Stunden bestimmt wurde, waren die Ergebnisse folgende:

	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 +$				
	1 HCl	2 HCl	3 HCl	5 HCl	10 HCl
Schwefeldioxyd	87.38	88.94	86.45	82.67	82.15 pCt.

Es findet also mit Zunahme der Flüssigkeitsmenge eine Abnahme des Schwefeldioxyds statt, was nach Landolt¹⁾ seinen Grund in der langsameren Zersetzung der Thioschwefelsäure hat.

In folgender Tabelle sind die durch Zersetzung des Natriumthiosulfats durch Salzsäure verschiedener Concentration bei gewöhnlicher Temperatur erhaltenen Mengen von Schwefeldioxyd angegeben. Ausserdem wurde die Menge des entstandenen Schwefels sowie die der gebildeten Schwefelsäure bestimmt. In der Tabelle giebt die zweite Columnne die Menge des ausgeschiedenen Schwefels, die dritte diese Menge vermehrt um den in der entstandenen Schwefelsäure enthaltenen Schwefel. Es wurde auch hier wie früher schon bei der Schwefelsäure die 10fache Menge der aus der Umsetzungsgleichung berechneten Salzsäure angewandt und dieselbe 2 Stunden lang auf das Natriumthiosulfat einwirken lassen.

¹⁾ Diese Berichte XVI, 2958b.

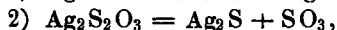
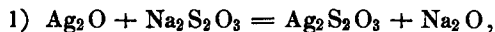
Concentration der Salzsäure	Menge der entstehenden SO ₂ in Procenten	Menge des entstehenden S in Procenten	Menge des entstehenden S, vermehrt um die Menge des aus der entstandenen H ₂ SO ₄ berechneten S in Procenten
10 pCt.	88.15	86.68	86.68 + 3.32 = 95.00
20 »	82.05	97.00	97.00 + 5.90 = 102.90
40 »	83.52	92.69	92.69 + 8.46 = 101.15

Die Menge des entstandenen Schwefels erreicht niemals die Zahl 100, was daher rührt, dass die Zersetzung bei einer Einwirkungs-dauer von 2 Stunden niemals eine vollständige ist. Beim Erhitzen des Natriumthiosulfates mit der 10 fachen Menge von Salzsäure von 20 pCt. Chlorwasserstoff wurden gefunden 82.71 pCt. Schwefeldioxyd, 101.6 pCt. wirklich ausgeschiedener Schwefel und 111.69 pCt. ausgeschiedener und in der entstandenen Schwefelsäure enthaltener Schwefel. Bei Wiederholung desselben Versuchs ohne Erhitzen sind die entsprechenden Zahlen 82.15 pCt. Schwefeldioxyd, 97 pCt. Schwefel und 102.9 pCt. Schwefel.

Dass bei Anwendung einer Säure von 20 pCt. Chlorwasserstoff beim Erhitzen mit Natriumthiosulfat über 100 pCt. wirklich ausgeschiedener Schwefel sich vorfinden, dass niemals die theoretisch berechnete Menge von Schwefeldioxyd gefunden wird und dass bei allen diesen Versuchen Schwefelsäure entsteht, bestätigt die oben ausgesprochene Ansicht über die Art der Zersetzung der freien Thioschwefelsäure in vollem Maasse.

4. Das bestätigende Verhalten des Natriumthiosulfats gegen Silberoxyd.

Zum weiteren Beweise, dass die Thioschwefelsäure sich in dieser Weise zersetzt, möchte noch das Verhalten des Natriumthiosulfats gegen Silberoxyd dienen, wobei allerdings nicht freier Schwefelwasserstoff, sondern Silbersulfid entsteht. A. Geuther¹⁾ wies nach, dass sich das Natriumthiosulfat mit Silberoxyd in folgender Weise umsetzt.



Aus Geuther's Versuchen lässt sich jedoch nicht ersehen, ob die Umsetzung vollständig so verläuft, oder ob sich noch andere

¹⁾ Ann. Chem. Pharm. 1884, 226, 232—240.

Producte bilden, da bei seinen Untersuchungen nicht eine der Menge des Silberoxyds entsprechende Menge Natriumthiosulfat angewandt wurde. Einige Versuche, die unter diesen Bedingungen angestellt wurden, lieferten folgende Ergebnisse:

a) Angewandt: 4.3248 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, 5 H_2O und 3.9420 g Ag_2O .

	Erhalten	Berechnet
S im Na_2SO_4	0.57	0.56 pCt.
S im Ag_2S	0.578	0.56 »

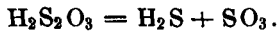
b) Angewandt: 4.1330 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, 5 H_2O und 3.866 g Ag_2O .

	Erhalten	Berechnet
S im Na_2SO_4	0.542	0.533 pCt.
S im Ag_2S	0.561	0.533 »

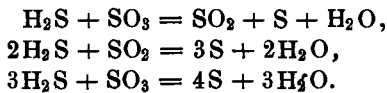
Eine Entwicklung von Schwefeldioxyd konnte bei diesen Versuchen nicht nachgewiesen werden; vielmehr fand sich sämmtliche Thiochwefelsäure als Sulfid und Sulfat wieder, entsprechend ihrem Zerfall in Schwefelwasserstoff und Schwefeltrioxyd.

5. Zusammenstellung der Hauptergebnisse.

Nach den vorstehenden Versuchen zerfällt die Thiochwefelsäure nach der Gleichung:



Diese Producte setzen sich, wenn sie nicht wie in dem letztbesprochenen Falle von Basen wie Natron und Silberoxyd gebunden werden, gegenseitig nach folgenden Gleichungen um:



Für diese Auffassung sprechen nach allen mitgetheilten Versuchsergebnissen folgende Gründe:

1. Die unmittelbar beobachtete Bildung von Schwefelwasserstoff bei Einwirkung verschiedener Säuren, besonders concentrirter Schwefelsäure auf festes Natriumthiosulfat.

2. Das Entstehen von Schwefelsäure bei Einwirkung von Säuren auf Natriumthiosulfat, das für Salzsäure und Schwefelsäure nachgewiesen wurde.

3. Dass in keinem Falle die nach der früher für richtig gehaltenen Umsetzungsgleichung berechnete Menge von Schwefel und Schwefeldioxyd erhalten wurde, vielmehr von ersterem meistens mehr, von letzterem immer weniger als berechnet wurde.

4. Dass die Umsetzung des Natriumthiosulfats mit Silberoxyd vollständig nach folgender Gleichung erfolgt:



5. Dass nach Untersuchungen von Orłowsky¹⁾ sämtliche Elemente durch Ammonium- und durch Natriumthiosulfat als Sulfide gefällt werden, die auch durch Schwefelwasserstoff als solche aus saurer Lösung ausgeschieden werden.

322. Clemens Gehrenbeck: Ueber eine Methode, Wasserstoff und Stickstoff gleichzeitig zu bestimmen.

[Mittheilung aus dem organischen Laboratorium der technischen Hochschule zu Aachen.]

(Eingegangen am 26. Juni.)

J. Messinger²⁾ hat vor Kurzem eine sehr bequeme Methode beschrieben, Kohlenstoff auf nassem Wege zu bestimmen, welche nur wenig Aufsicht erfordert; sie ist in letzter Zeit im hiesigen Laboratorium vielfach zur Anwendung gekommen. Bei stickstoffhaltigen Körpern stellt sich aber der Uebelstand heraus, dass man zur vollständigen Analyse des Körpers gezwungen ist, zweimal am Verbrennungsofen arbeiten zu müssen, um Wasserstoff und Stickstoff zu bestimmen; in Folgendem soll eine Abänderung der Dumas'schen Stickstoffbestimmungsmethode kurz beschrieben werden, welche gestattet, diese Bestimmungen gleichzeitig auszuführen.

Die Analyse wird ausgeführt in einem beiderseits offenen Verbrennungsrohre, welches auf die gewöhnliche Art und Weise beschickt wird; auf eine innige Mischung der Substanz mit fein gepulvertem Kupferoxyd oder chromsaurem Blei ist besonders Rücksicht zu nehmen. Hinten wird das Rohr verschlossen mit einem Pfropfen, durch welchen ein Zweiwegehahn geht; der eine Schenkel desselben wird mit einem Trockenapparat für Sauerstoff und Luft verbunden, wie er für die Elementaranalyse Anwendung findet, der andere mit dem Trockenapparat des Kohlensäureentwicklers. Der erstere besteht aus 2 Drechsler'schen Waschflaschen von circa 100 ccm Inhalt, welche mit concentrirter Schwefelsäure gefüllt sind; die Sicherheitskugeln, zu welchen die Zuleitungsrohren erweitert sind, müssen so gross sein, dass sie die gesammte Schwefelsäuremenge aufzunehmen vermögen, damit bei einer etwaigen unregelmässigen Kohlensäureentwicklung ein Zurücksteigen der Schwefelsäure möglich ist, ohne dass dieselbe in dem Kohlensäure-

¹⁾ Diese Berichte XVI, Ref. 807.

²⁾ Diese Berichte XXI, 2910.