

263. H. Stoltzenberg: Apparat zur Gasanalyse durch Kondensation.

[Mitt. aus dem Universitätslaboratorium für angewandte Chemie zu Halle a. S.]

(Eingegangen am 24. Mai 1910.)

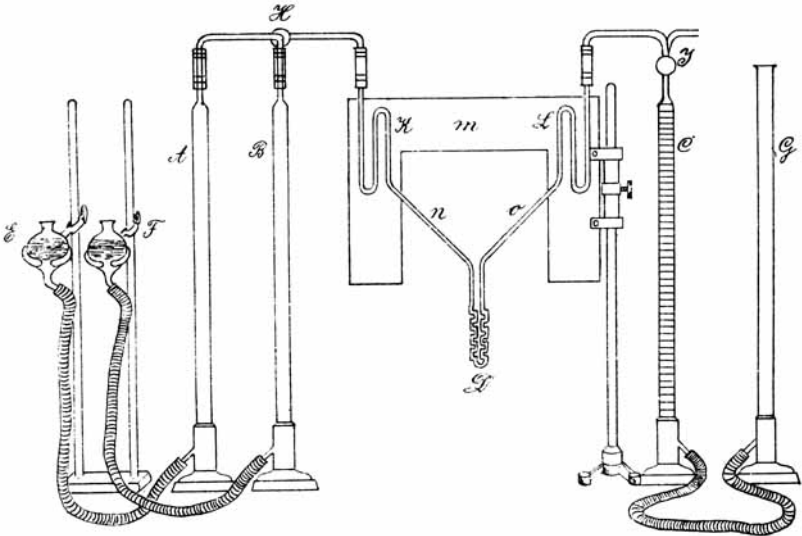
Der leitende Gedanke bei der Konstruktion des Apparates zur Gasanalyse durch Kondensation (siehe vorstehende Abhandlung) war folgender:

Bei dem gewöhnlich zur Gasanalyse verwendeten Volumen ist die Menge des entstehenden Kondensats derart gering, daß der feine Niederschlag das Lumen eines Rohres von 1,5—2 mm lichter Weite nicht versperrt und so einerseits gestattet, das nicht kondensierte Gas völlig aus dem Verdichter abzupumpen, andererseits aber das kondensierte Gas nach dem Verdampfen mit Quecksilber in die Meßbürette zurückzudrängen, ohne daß Gasblasen zurückbleiben.

Zur Kondensationsanalyse werden drei mit Quecksilber gefüllte Büretten *A*, *B*, *C* und der Verdichter *D* gebraucht. Die Gaspipetten *A* und *B* stehen mit Niveauegeln *E* und *F* in Verbindung, während das Meßrohr *C* mit einem Niveaurohr *G* kommuniziert. Die Schläuche bestehen aus dickwandigem Saugschlauch mit weiter Öffnung und haben die bei der Gasanalyse gebräuchliche Länge, nur der Schlauch der Bürette *B* ist etwa 1,20 m lang. Die Verbindung von Bürette *A* mit *B* und von *B* mit dem Verdichter *D* erfolgt durch einen Hahn *H* mit rechtwinkliger Bohrung oder einen Dreiweghahn; die Bürette *C* kann durch den zweifach parallel durchbohrten Hahn *J* bald mit der Atmosphäre, bald mit dem Verdichter *D* verbunden werden (siehe Einzelzeichnung). Die Schlauchverbindungen der Büretten mit den Überführungsstücken müssen sehr sorgfältig aus bestem rotem Gummi hergestellt und mit über Leinwand geschnürtem Draht befestigt sein. Der Verdichter *D* besteht aus zwei S-förmig gebogenen Capillaren *K* und *L*, die an einem U-förmig gestalteten Brett *M* befestigt sind und bei *N* und *O* ganz allmählich in ein dünnwandiges Rohr von 2,5 mm lichter Weite übergehen. Dieses Rohr bildet in dem frei nach unten ragenden Teil mehrfach S-förmige Schlingen (s. Nebenzeichnung, Seitenansicht), in denen sich die Gase niederschlagen. In den abhängenden Bogenabschnitten der Schlingen sammelt sich die Flüssigkeit und wird so gehindert, zu einem großen Tropfen zusammenzulaufen, der das Lumen des Rohres ausfüllen könnte. An einer Seite des Brettes befindet sich eine Messingführung, die sich auf dem blanken Stab eines Stativs verschieben und mittels Schraube festklemmen läßt.

Ausführung der Analyse.

Man füllt durch Heben von *E*, *F'* und *G* sämtliche Büretten und den Verdichter mit Quecksilber, bis es bei *J* austritt, und prüft den ganzen Apparat durch Senken der Niveaugefäße auf Dichtigkeit. Dann

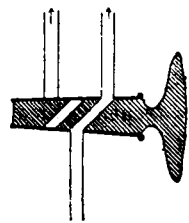


bringt man die zu analysierenden, über P_2O_5 getrockneten Gase in die Bürette *C*, liest nach Gleichstellung des Quecksilbers im Niveauröhr ab und treibt das Gas durch *D* teilweise nach *B* hinüber. Man hebt das Kühlgefäß, so daß die Schlingen anfangs etwa zur Hälfte, zuletzt bis über die oberste Windung in das Kühlmittel eintauchen, und führt das Gasmischung durch Heben und Senken von *F* und *G* mehrmals hin

und her, wobei man darauf achtet, daß Quecksilber nicht bis in die Capillaren *K* und *L* gelangt. Nach viermaligem Hin- und Herführen ist in den meisten Fällen die Verdichtung beendet. Man hebt *G*, bis das Quecksilber eben die Bohrung des Hahnes *J* ausfüllt, und schließt den Hahn. Dann pumpt man durch wiederholtes Senken von *F* das nicht kondensierte Gas aus dem Verdichter nach *B* und sammelt es in der Bürette *A*. Man wiederholt das Abpumpen so lange, bis kein nennenswerter Gasrest mehr abgepumpt wird, was zumeist nach der dritten Füllung von *B* der Fall ist. Der nicht kon-

S-förmige Schlingen
des Verdichters

Hahn *J*
z. Ver- z. Atmo-
dichter sphäre



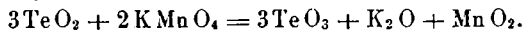
densierte Teil des Gasgemisches ist jetzt in *A* gesammelt. Der kondensierte Teil befindet sich in den Schlingen des evakuierten Verdichters. Senkt man die Niveaokugel *F* unter Atmosphärendruck, verbindet *B* mit *D* und entfernt das Kühlbad, so vergast das Kondensat in kurzer Zeit und kann durch Heben von *F* nach der Meßbürette *C* hinübergetrieben und gemessen werden. Durch *J* kann es aus dem Meßrohr herausgedrückt und auf Reinheit weiter geprüft werden. Das nicht kondensierte Gas wird dann aus *A* nach *C* gebracht und ebenfalls gemessen¹⁾.

264. W. Marckwald und A. Folzlik: Über das Atomgewicht des Tellurs.

[Aus dem Physikalisch-chemischen Institut der Universität zu Berlin.]

(Eingegangen am 3. Januar 1910.)

Aus dem Gewichtsverlust, den Tellursäure, $\text{H}_2\text{TeO}_4 + 2\text{H}_2\text{O}$, bei der Umwandlung in Tellurdioxyd erleidet, hatte W. Marckwald²⁾ das Atomgewicht des Tellurs zu 126.85 berechnet. Dieser Wert wich von zahlreichen Atomgewichtsbestimmungen anderer Autoren, aus deren unter einander gut übereinstimmenden Beobachtungen sich der von der internationalen Atomgewichtskommission angenommene Wert $\text{Te} = 127.5$ ergibt, erheblich ab. Abgesehen von einigen Untersuchungen zu dieser Frage, die durch die Art ihrer Ausführung oder aus anderen Gründen auf besondere Berücksichtigung keinen Anspruch erheben konnten, lagen nur zwei umfangreiche Arbeiten vor, welche für die Annahme eines niedrigeren Atomgewichts des Tellurs zu sprechen schienen. Sie betreffen die maßanalytische Bestimmung des Tellurdioxyds. Die ältere rührt von B. Brauner³⁾ her. Er zeigte, daß sich Tellurdioxyd in alkalischer Lösung durch Permanganat zu Tellursäure oxydieren läßt nach der Gleichung:



Säuert man dann mit Schwefelsäure an, reduziert die höheren Oxyde des Mangans durch überschüssige Oxalsäure und mißt den

¹⁾ Der Apparat, der von jedem Glasbläser mit Leichtigkeit hergestellt wird, kann auch von Franz Hegershoff, Leipzig, Karolinenstr. 13, fertig bezogen werden.

²⁾ Diese Berichte **40**, 4730 [1907].

³⁾ Monatsh. f. Chem. **11**, 526 [1890]; **12**, 29 [1891].