



Hahn  $H_1$ , ein Tropftrichter  $T$  und ein Überleitungsrohr  $Ül$ ; in das gleichdimensionierte Gaseinleitungsgefäß  $G_2$  münden das Gasüberleitungsrohr und das Gasabsaugrohr mit Hahn  $H_3$ . Das Überleitungsrohr ist zwecks leichter Reinigung mit einem Schliff versehen; außerdem ist am Überleitungsrohr eine kugelförmige Erweiterung angebracht, die mit Watte gefüllt wird, um eventuell mitgerissene Flüssigkeitstropfen zurückzuhalten. An das Ende des Überleitungsrohres, das in das Gaseinleitungsgefäß ragt, ist mit einem Kautschukschlauch ein Einleiterörchchen  $El$  Glas an Glas befestigt; wir halten verschieden lange Einleitungsspitzen vorrätig, um je nach der Art des Fällungsgefäßes und der Flüssigkeitsmenge die jeweils optimale Eintauchtiefe zu erzielen. Außerdem ist die Reinigung der ganzen Apparatur durch die Verwendung auswechselbarer Einleiterörchchen sehr erleichtert, da ja nur diese gereinigt werden müssen. Im Gaseinleitungsgefäß endlich ist das eigentliche Fällungsgefäß, beispielsweise eine Mikroprovette  $Me$ , untergebracht. Die ganze Apparatur steht in einem Aluminiumblock geeigneter Dimension, dessen Bohrungen mit Asbest ausgekleidet sind; außerdem trägt er eine Bohrung zur Aufnahme eines Thermometers unmittelbar neben dem Gaseinleitungsgefäß, da man durch Erwärmen des Aluminiumblockes — die ganze Apparatur ist aus Jenaer Glas gefertigt — die Möglichkeit hat, Fällung und Gasentwicklung auch bei höherer Temperatur vorzunehmen.

Die Arbeitsweise des Apparates sei am Beispiel einer Fällung mit Schwefelwasserstoff kurz beschrieben:

In das Gasentwicklungsgefäß wird eine ausreichende Menge Zinksulfid eingebracht, in das Einleitungsgefäß die Mikroprovette mit dem Probetropfen, an das Überleitungsrohr wird ein passendes Einleiterörchchen angesteckt, der Apparat geschlossen, sodann in den Tropftrichter Salzsäure (1:1) gegeben. Vor die Zuleitung  $H_1$  wird ein Sicherheitsröhrchen mit Watte zur Luftfiltration geschaltet, am Gasabsaugrohr unter Zwischenschaltung einer Sicherheitsflasche ganz schwach mittels einer Wasserstrahlpumpe gesaugt. Alle Hähne sind vorerst geschlossen.  $H_2$  und  $H_3$  werden ein wenig geöffnet, Salzsäure einfließen gelassen,  $H_2$  sofort wieder geschlossen. Hernach wird  $H_1$  so weit geöffnet, daß ein ganz schwacher Luftstrom durch die Apparatur streicht, der als Transportmedium für den Schwefelwasserstoff dient. Der durch die Probelösung hindurchperkende Gasstrom bewirkt eine gründliche Durchmischung. Es ist auch möglich, einen inerten Gasstrom durchzuleiten, wenn man bei Zuleitungsrohr  $H_1$  einen Gasbehälter mit dem entsprechenden Gas anschließt. In diesem Falle erübrigt es sich natürlich, bei  $H_3$  zu saugen. Die Fällung mit Schwefelwasserstoff kann auch bei einem geringen Überdruck erfolgen, wenn alle Hähne geschlossen sind, die Spiralfedern (zwischen den Nasen  $N$  angebracht) sorgen für einen festen Verschuß der Apparatur. Nach der meist in wenigen Minuten beendeten

Fällung leitet man noch einige Zeit Luft oder sonst einen Gasstrom durch, um allen Schwefelwasserstoff zu entfernen; hernach kann der Apparat geöffnet werden, ohne daß Schwefelwasserstoff in die Laboratoriumsluft entweichen kann. Außer zu Schwefelwasserstofffällungen wenden wir in unserem Institut das Gerätchen vor allem zu Oxydationen mit Bromluft, besonders bei der Lösung von Sulfidniederschlägen an. In das Gasentwicklungsgefäß wird Bromwasser bzw. Brom eingebracht oder Kaliumbromid und Kaliumbromat und durch den Tropftrichter Salzsäure zufließen gelassen. Wie schon eingangs erwähnt, lassen sich natürlich in sinngemäßer Variation eine Anzahl von Reaktionen auf einfachste Weise mit dem handlichen Gerät durchführen.

### Zusammenfassung.

Es wird eine Apparatur zur Entwicklung von Schwefelwasserstoff und anderen Gasen und deren Einleitung in kleine Flüssigkeitsmengen — bis zu 1 Tropfen — beschrieben. Die gasförmigen Reagenzien können bei höherer Temperatur, bei Überdruck sowie in Verdünnung durch einen indifferenten Gastrom angewendet werden, ohne in die Außenluft zu gelangen.

### Summary.

A description is given of an apparatus for the evolution of hydrogen sulfide and other gases and their passage into small volumes of liquid down to one drop. The gaseous reagents can be employed at an elevated temperature, under pressure and also diluted by an indifferent stream of gas, without coming into the outer atmosphere.

### Résumé.

On décrit un appareil à dégagement d'hydrogène sulfuré et autres gaz ainsi que l'introduction dans de petites quantités de fluide — jusqu'à une goutte —. Les réactifs gazeux peuvent être utilisés à plus haute température, en surpression ou dilués dans un courant de gaz indifférent sans s'échapper dans l'air extérieur.

### Literatur.

- <sup>1</sup> *A. F. Colson*, *Analyst* **71**, 322 (1946).
- <sup>2</sup> *Shirley Gaddis*, *J. Chem. Education* **21**, 101 (1944).
- <sup>3</sup> *M. D. Barnes*, *J. Chem. Education* **22**, 322 (1945).