

welchen die Glasröhre befestigt wird, muß so dick sein, daß sein Durchmesser ungefähr 0,3 mm beträgt.

Nachdem das Wasser ein paar Minuten gekocht hat und die Luft aus ihm herausgetrieben ist, wird der Stöpsel mit dem in ihm feststehenden Cylinder herausgenommen und die Röhre mit ihrer Probe in den Kolben hinabgelassen, wo sie, am Boden des Kolbens ruhend, vom Platinadraht aufrecht gehalten wird. Hierauf wird der Apparat wieder zusammengesetzt und auf den Cylinderansatz der voraus erwähnte Kautschukring mit einem Durchmesser von 55 mm sowie über diesen das präparirte Zeug, sodann wieder ein Kautschukring und schließlic ein Holzring gelegt, welcher mittelst der Klemmen festgedrückt wird.

Sobald das Zeug aufgelegt ist, wird die Klemme *k* an der mit einem Trichter versehenen Röhre zusammengeschraubt und dadurch der Wasserdampf gezwungen, seinen Weg durch das Zeug zu nehmen.

Theils um die Luft aus dem Apparat soviel wie möglich hinauszutreiben und theils das Zeug richtig durchfeuchtet zu erhalten, läßt man das Wasser, ehe man die Säure zuläßt, erst etwa 8 bis 10 Minuten sacht kochen. Hierauf füllt man die Trichterröhre mit verdünnter Schwefelsäure (z. B. $\frac{1}{4}$ Vol. Schwefelsäure auf 1,83 eg. V. und $\frac{3}{4}$ Vol. Wasser), öffnet vorsichtig die Schraube an der Klemme *k* und läßt die Säure langsam in den Kolben hinabtropfen. Zu 0,4 g Eisen werden ungefähr 10 cem verdünnte Säure angewendet. Sobald Säure in den Kolben kommt, fängt das Eisen an sich aufzulösen; Wasserdampf und Gase gehen durch das Zeug, und in dem Verhältniß, in dem die Auflösung fortschreitet und der Schwefelgehalt des Eisens groß ist, wird die Unterseite des Zeuges mehr und mehr gelb gefärbt. Nachdem alles Eisen aufgelöst ist, läßt man die Flüssigkeit noch fernere 8 bis 10 Minuten kochen, um den Schwefelwasserstoff hinauszutreiben, welcher noch im Apparat sein kann, worauf man die Klemmen löst, die Ringe fortnimmt und das Zeug auf ein Stück Filtrirpapier legt und es dort trocknen läßt, wonach für die Bestimmung des Schwefelgehaltes nur noch erübrigt, die Farbe des Zeuges mit der Farbescala zu vergleichen.

Es ist für diese Schwefelprobe von großer Wichtigkeit, daß man die Flüssigkeit im Kolben in ununterbrochenem langsamen Kochen erhält. Die Flüssigkeit muß so stark kochen, daß man stets Wasserdampf durch das Zeug gehen sieht, doch darf das Kochen nicht so gewaltsam sein, daß das Zeug infolge davon ausgedehnt wird, denn in solchem Falle kann es geschehen, daß das Zeug durch theils diese Spannung und theils den condensirten Wasserdampf mehr und mehr verdichtet wird und eine stark convexe Form

annimmt, während der Druck im Apparate dermaßen steigt, daß die Gase beim Einlassen der Säure durch die Trichterröhre entströmen. Bei vorsichtigem Kochen hat man dieses jedoch nicht zu befürchten.

Damit beim Auflösen des Eisens der Schwefelwasserstoff, welcher sich gebildet, nicht zum Theil oxydirt werde, ist es von großer Wichtigkeit, daß die Luft so vollständig wie möglich aus dem Wasser und dem Apparat hinausgetrieben ist, ehe die Säure in den Kolben gelassen wird, so wie daß das Kochen mit solcher Stärke geschieht, daß die durch das Zeug hindurch strömenden Gase stets von einer reichlichen Menge Wasserdampf begleitet sind.

Das Zeug muß bei der Probe eine gleichmäßige Färbung erhalten, denn fällt die Farbe ungleichmäßig aus, so ist die Abschätzung der Farbenstärke sehr schwer.

Daß die Farbe gleichmäßig ausfällt, beruht hauptsächlich auf der Construction des Glascyinders. Derselbe muß mit Genauigkeit so gefertigt sein, daß die Röhre in seiner Centrumlinie liegt. Uebrigens muß die Röhre kurz sein und von conischer Form, und ihr innerer Durchmesser darf an ihrer unteren Oeffnung 8 bis 9 mm nicht übersteigen.

Ist die Röhre zu weit, so wird das Zeug stets ungleichmäßig gefärbt, ist sie hinwiederum zu eng, so werden Tropfen des in ihr condensirten Wassers auf das Zeug geworfen, welches dadurch ein fleckiges Aussehen erhält. Die Zeichnung zeigt den Cylinder in den Kautschukstöpsel so eingesetzt, daß die Mündung der Röhre an der unteren Seite des Stöpsels abschneidet; es ist aber beinahe vortheilhafter, die Röhre 5 bis 10 mm unter den Stöpsel hinabreichen zu lassen. Das condensirte Wasser hat es dann zwar etwas schwerer, die Röhre zu verlassen, und verursacht in derselben, besonders so lange der Cylinder noch nicht warm ist, eine schwache Blasenbildung; doch scheint dieses von keinem nachtheiligen Einfluß zu sein, sondern eher die gleichmäßige Färbung des Zeuges zu befördern.

Außerdem ist zu beachten, daß der Glascyinder nach dem Augenmaße in eine möglichst verticale Stellung gebracht und der Apparat an einer Stelle aufgestellt werden muß, die von Zugluft frei ist.

Die zur Ausführung der Probe erforderliche Zeit beläuft sich auf 30 bis 45 Minuten, je nachdem das Eisen mehr oder weniger leicht löslich ist.

Diese neue Probirmethode hat bei zahlreichen Versuchen mit höchst befriedigendem Erfolg gearbeitet, indem sie mit großer Genauigkeit sowohl hohe wie niedrige Schwefelgehalte des Eisens, unberührt von dem Kohlen- oder Kieselgehalt desselben, angezeigt hat, was aus den zu unten