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

Von

W. Tetzlaff.

Eine kurze Anleitung zur qualitativen chemischen Analyse nach dem Schwefelnatriumgang haben Karl Hanofsky und Paul Artmann¹⁾ veröffentlicht. Das Werkchen ist eine etwas ausführlichere Bearbeitung des in Band 48 dieser Zeitschrift S. 115 besprochenen Büchleins von G. Vortmann und soll deshalb auch ohne die Benutzung eines anderen analytischen Hilfsbuchs verwendbar sein. Im wesentlichen kann ich also auf die Besprechung des Vortmann'schen Werkchens verweisen.

Die Besprechung der Einzelreaktionen der Kationen und Anionen ist in den systematischen Gang eingeschoben, so dass die Gliederung des letzteren, namentlich für einen Anfänger, vielleicht nicht ganz übersichtlich ist. Die Angabe der Einzelreaktionen ist ziemlich vollständig. Die Vorgänge sind überall in knapper Weise unter Hinzufügung der Formeln erklärt.

Zur Bestimmung des spezifischen Gewichtes von festen fett- und wachsartigen Körpern liefert A. Lissner²⁾ folgenden Beitrag. Da das spezifische Gewicht der bei gewöhnlicher Temperatur festen und schmalartigen Fette und Wachsarten kleiner ist als dasjenige des Wassers, so ist eine Bestimmung dieser Zahl bei den genannten Körpern mittels des Pyknometers nach dem Prinzip der Wasserverdrängung nicht ohne weiteres möglich. Von den verschiedenen Vorschlägen, welche zwecks Umgehung dieser Schwierigkeit unterbreitet wurden — so zum Beispiel hat Gintl³⁾ ein besonderes Pyknometer konstruiert — scheint die von Hager⁴⁾ beschriebene Methode, welche zuerst von Fresenius und Schulze angegeben worden ist, den Vorzug zu verdienen. Nach dem Schmelzen der Fette, Wachsarten und dergleichen bei einer unter 100° C. liegenden Temperatur lässt man die flüssige Masse unter Anwärmen der Ausgussstelle des Schmelzgefäßes aus einer

1) Leipzig und Wien, Franz Deuticke 1910, 115 Seiten.

2) Mitteilungen aus dem Laboratorium für chemische Technologie I an der Deutschen technischen Hochschule in Brünn; durch Chemiker-Zeitung **34**, 657.

3) Gintl, Dingler's polyt. Journ. **194**, 42 (1869).

4) Pharm. Zentralhalle **20**, 132 (1879).

Höhe von 2—3 *cm* auf eine 1,5—2 *cm* hohe Schicht von 60- bis 90-prozentigem Alkohol tropfen. Hierbei erstarrt das Fett zu vollkommen runden Kugeln, welche noch im feuchten Zustande in eine Mischung von Wasser und Alkohol gebracht werden. Zu dieser Flüssigkeit, welche sich in einem 6—7 *cm* hohen und 4 *cm* weiten Probierzylinder befindet und in Rotation versetzt wird, setzt man nun so lange Wasser hinzu, bis die Kugeln gerade zu schwimmen anfangen. In dem durch Glaswolle abgegossenen Inhalt des Gefässes wird schliesslich das spezifischen Gewicht, welches gleich demjenigen der zu untersuchenden Substanz ist, mit dem Pyknometer oder Aräometer bestimmt. Auf gleiche Weise kann man übrigens auch bei Körpern mit über 1 liegendem spezifischen Gewicht verfahren; die Substanzkugeln werden aus dem ersten alkoholischen Bade in ein solches von Wasser und Glyzerin gebracht, in welchem man dann das Aufsteigen der Kugel durch Zusatz von Glyzerin bewirkt. Diese Hager'sche Methode besitzt nun den Nachteil, dass sich die Fette bei der raschen Abkühlung behufs Erzeugung der Kugeln anormal zusammenziehen können. Um diesen Übelstand zu beseitigen, schmilzt Allen¹⁾ die Substanzen in einem Uhrglas auf dem Wasserbad, lässt erstarren und schneidet aus der Masse mit dem Messer runde Stücke heraus. Nachdem diese zur Entfernung von Luftblasen mit einer nassen Bürste gereinigt worden sind, werden sie mit einer Pinzette in die Alkohol-Wassermischung gebracht. Da nun der Augenblick, in welchem der Körper gerade in der Flüssigkeit schwebt, schwer festzuhalten ist, hat der Verfasser die Hager-Allen'sche Methode etwas modifiziert. Er verwendet statt des Hager'schen Probierglases einen Mischzylinder von $\frac{1}{2}$ l Inhalt, welcher durch einen eingeschliffenen Stopfen verschlossen ist. In dieses Gefäss wird eine Alkohol-Wassermischung gegossen, welche so zusammengesetzt ist, dass die Probe auf ihrer Oberfläche schwimmt, und hierauf unter Umschütteln so lange Alkohol zugefügt, bis der betreffende Körper zu Boden sinkt. Durch Bestimmung des spezifischen Gewichts dieser Flüssigkeit, welche mittels des Aräometers direkt im Mischzylinder auszuführen ist, erhält man eine Zahl, welche etwas kleiner ist, als das spezifische Gewicht des betreffenden Untersuchungsobjekts. Setzt man jetzt zu der Mischung so lange Wasser, bis die Substanz gerade aufzusteigen

¹⁾ Vergl. Benedikt-Ulzer, Analyse der Fette und Wachsarten 1908, S. 75.

beginnt, und bestimmt wiederum das spezifische Gewicht der Flüssigkeit, so resultiert eine Zahl, welche nun etwas höher als das spezifische Gewicht des zu untersuchenden Körpers ist. Das arithmetische Mittel aus beiden Werten gibt das wirkliche spezifische Gewicht der Substanz an. Bei Körpern, deren spezifisches Gewicht grösser als 1 ist, wird als Schwimmflüssigkeit eine Mischung aus Wasser und Glycerin oder 10-prozentiger Kalilauge verwendet und im übrigen, wie oben angegeben, verfahren. Wie die angestellten Versuche lehren, werden nach dieser Methode, welche leicht und rasch auszuführen ist, hinreichend genaue Werte gefunden.

Ein neues Zersetzungsgefäß zur Bestimmung der Stickstoffverbindungen in Schwefelsäure ist durch K. Leo¹⁾ konstruiert worden. Der Apparat stellt eine Modifikation des Lunge'schen dar, bei welchem bekanntlich die zu untersuchende Säure mit Quecksilber geschüttelt wird. Hierdurch gehen sämtliche Stickstoffverbindungen in das gasförmige Stickstoffoxyd über, dessen Menge man im Gasvolumeter misst. Dieses Schütteln bleibt immer — wird es nun im Nitrometer selbst oder in einem besonderen Schüttelgefäß vorgenommen — eine umständliche Arbeit. Fernerhin ist es im letzteren Fall als ein Übelstand zu bezeichnen, dass man vor Beginn eines jeden Versuches die Schlauchverbindung zwischen Schüttelgefäß und Messrohr des Nitrometers lösen muss. Die Vorteile des neuen Leo'schen Apparates sind folgende. Die innige Berührung des Quecksilbers mit der Säure geschieht durch springbrunnenartiges Spritzen des ersteren durch die letztere, und es bleibt ferner das Gefäß, in welchem diese Manipulation vorgenommen wird, stets mit dem Messrohr des Gasvolumeters verbunden. Der erforderliche Apparat ist in nebenstehender Figur 12 abgebildet. In das mit A bezeichnete Reaktionsgefäß ist ein Röhrchen r eingeschmolzen, dessen untere, ausserhalb des Behälters liegende Mündung durch einen Schlauch s₁ mit dem Druckgefäß D verbunden ist. Der Ausfluss aus diesem wird durch einen Hahn 5 reguliert. Die Länge des Röhrchens r ist derartig gewählt, dass sein oberes, kugelförmig aufgeblasenes Ende, welches mit drei feinen Austrittsöffnungen für das Quecksilber versehen ist, gerade in die Säure hineinragt, sobald diese in das Reaktionsgefäß eingeführt ist. Letzteres wird durch einen Dreiweghahn 1 abgeschlossen und kann durch diesen sowohl mit dem

1) Chemiker-Zeitung 33, 1218.