Zur Zuckerbestimmung nach Allihn oder Meissl.

Von

Dr. H. Schaumann.

(Aus dem Institut für Schiffs- und Tropenkrankheiten in Hamburg.

Direktor: Medizinalrat Prof. Dr. B. Nocht.)

Bei den Zuckerbestimmungen nach Allihn und Meissl sind das mit der Filtration der verhältnismässig grossen Flüssigkeitsmenge durch das kleine Asbestfiltrerröhrchen verknüpfte Hantieren mit der heissen Porzellanschale und das häufig zu wiederholende Auffüllen des Röhrchens lästige und zeitraubende Operationen, bei welchen zudem nicht selten durch unvorsichtiges Eingiessen in die enge Öffnung des Filtrirröhrchens Verluste entstehen. Durch eine kleine Modifikation des Verfahrens bei dieser in vielen Laboratorien bekanntlich häufig ausgeführten Bestimmung wird diesen Übelständen in wirksamer Weise begegnet.

Diese Abänderung besteht im wesentlichen darin, dass man die, das gebildete Kupferoxydul enthaltende alkalische Kupfertartrat-Lösung in das Filtrirröhrchen hineinsaugt und nicht hineingiesst, wie dies allgemein üblich ist. Die hierzu erforderliche Anordnung des Apparates ergibt sich aus nachstehender Skizze, Fig. 7. Man verfährt bei der Ausführung in folgender Weise:

Fig. 7.

In dem möglichst halbkugelförmigen Porzellanschälchen a nimmt man die Reduktion der alkalischen Kupfertartratlösung durch die Zuckerlösung, deren Gehalt bestimmt werden soll, in üblicher Weise vor. Nachdem man die Flüssigkeit während der vorgeschriebenen Zeit im Sieden erhalten hat, löscht man die Flamme des Bunsenbrenners h aus und bringt nun erst das Glasröhrchen d in die Porzellanschale, und zwar so, dass es mit der unteren Öffnung den tiefsten Punkt der Schale berührt. Man drückt nun mit Zeigefinger und Daumen der linken Hand den kurzen Gummischlauch c fest zu, öffnet dann den die (mit dem Filtrierstutzen f unter Einschaltung des Bunsenventils g verbundene) Wasserluftpumpe speisenden Wasserhahn mit der rechten Hand und lässt eine kurze Zeit ($\frac{1}{2}$ bis 1 Minute) ansaugen, ehe man bei c öffnet. Hierdurch füllt sich das Filtrirröhrchen b bis etwa zur Hälfte mit Flüssigkeit und das Niveau derselben bleibt während der Filtration konstant. Um durch plötzliches heftiges Einstromen der Flüssigkeit ein Auflockern der Asbestschicht im Filtrirröhrchen zu verhindern, ist das Glasrohr d bei e etwas gebogen, so dass die eintretende Flüssigkeit an der Wandung des Filtrirröhrchens hinunterläuft. Sobald die Kupferlösung völlig aufgesogen ist, gibt man heisses Wasser in die Porzellanschale a, entfernt von deren Wandung alles anhaftende Kupferoxydul durch Reiben mittels eines an der Spitze mit Gummischlauch überzogenen Glasstabes und bringt durch fortgesetztes Waschen mit heissem Wasser mittels der Spritzflasche alles Kupferoxydul auf den Grund der Schale, von wo es schnell und vollständig durch Aufsaugen in das Filtrirröhrchen weiterbefördert wird. Nachdem die Asbestschicht völlig ausgewaschen ist, öffnet man den Filtrierstutzen, giesst das Filtrat in ein anderes Kölbchen, um es in diesem durch Absitzenlassen auf etwa durch den Asbestpfropfen nicht zurückgehaltenes Kupferoxydul zu prüfen und setzt den Apparat wieder zusammen. Man bringt nun zunächst Alkohol in das Schälchen und saugt diesen in der angegebenen Weise durch den Asbestpfropfen. Dieselbe Operation wiederholt man dann mit Äther und lässt schliesslich noch längere Zeit einen Luftstrom durchstreichen, um den aufgesogenen Äther möglichst zu entfernen. Mit dem vom Filtrierstutzen entfernten Asbestrohre verfährt man dann in der bekannten Weise.

Noch bequemer gestaltet sich die Handhabung des Apparates, wenn man statt des Filtrierstutzens eine mit 2 Tubulaturen (je eine oben und am Boden) versehene Glasflasche verwendet. Man verbindet dann

die obere Tubulatur mit der Saugpumpe und schliesst die am Boden befindliche mittels eines Kautschukpfropfens, durch welchen eine mit einem Hahne versehene Glasröhre hindurchgeführt ist. Diese Anordnung ermöglicht es, das Filtrat nach Abstellen der Saugpumpe und Öffnen des Hahnes nach Belieben aus der Flasche auslaufen zu lassen, ohne den Apparat auseinander nehmen zu müssen.

Über die Verwendung des Ammoniumpersulfats zu Mangantrennungen in saurer Lösung.

Von

Willy Gottschalk.

Im Jahre 1901 hat G. v. Knorre¹⁾ in einer ausführlichen Abhandlung Versuche zur quantitativen Bestimmung des Mangans durch Ausfällung mittels Ammoniumpersulfats in saurer Lösung mitgeteilt. Er kommt zu dem Ergebnis, dass bei Gegenwart von Zink, Nickel, Kobalt, Aluminium, Eisen oder Kupfer der Manganniederschlag oft recht beträchtliche Mengen von den Oxyden dieser Metalle mitreisse, so dass er sich nicht zur gewichtsanalytischen, wohl aber zur titrimetrischen Bestimmung des Mangans — ausser bei Gegenwart von Kobalt — eigne.

Im folgenden Jahre weist auch Dakin²⁾ auf die starken Verunreinigungen der durch Persulfat ausgefällten Mangansalze hin.

Da veröffentlichten, zum Teil noch in demselben Jahre, Dittrich und Hassel³⁾ in mehreren Arbeiten eine Reihe wohl gelungener gewichtsanalytischer Trennungen des Mangans von anderen Metallen mit diesem Reagens.

v. Knorre⁴⁾, der durch erneute Versuche die Angaben nachprüfte, kam aber nichtsdestoweniger zu seinem alten Resultate.

¹⁾ Zeitschrift f. angew. Chemie **14**, 1149 (1901); diese Zeitschr. **42**, 735.

²⁾ Journ. of the soc. of chem industry **21**, 848 (1902); Zeitschrift f. angew. Chemie **15**, 1096 (1902).

³⁾ Ber. d. deutsch. chem. Gesellsch. zu Berlin **35**, 3266 (1902); Chemiker-Zeitung **27**, 196 (1903); Ber. d. deutsch. chem. Gesellsch. zu Berlin **36**, 284 1423, 1929, (1903); diese Zeitschrift **43**, 382 (1904); Hassel, Inaug.-Dissert. Heidelberg 1903.

⁴⁾ Chemiker-Zeitung **27**, 53 (1903); Zeitschrift f. angew. Chemie **16**, 905 (1903); diese Zeitschrift **43**, 1 (1904); **44**, 188 (1905); cf. Salinger, Zeitschrift f. anorg. Chemie **33**, 343 (1903).