oder an ein Stativ, drehbar um die Axe der zur Befestigung dienenden Klemme, angebracht werden (siehe Fig. 70). In beiden Fällen ist

Fig. 70.

es zweckmässig, durch Vergleich mit einem in die Leitung eingeschalteten Barometer, die einer gewissen Luftverdünnung entsprechende Neigung des Apparates ein für allemal zu bestimmen und die Zahlen auf einem Kreisbogen aufzutragen, wie das in den Figuren 69 und 70 angedeutet ist.

Haben wir nämlich diese Einrichtung getroffen, so ist uns das jedesmalige Einschalten eines Barometers in die Leitung vollkommen entbehrlich, selbstverständlich vorausgesetzt, dass stets im Apparate dieselbe Menge von Quecksilber sich befindet.

Die Wirkung des beschriebenen einfachen Apparates ist somit eine vollkommen sichere und zuverlässige; die kleinen Schwankungen, welche durch die Stöße des Quecksilbers hervorgebracht werden, betragen kaum 0,5—1,0 cm — sind also ohne jeglichen Nachtheil.

Es liesse sich auch der Apparat bequem aus Eisenröhren herstellen, wobei natürlich einige Aenderungen in der Construction getroffen werden müssen, mit deren experimenteller Erprobung ich beschäftigt bin und über welche zu berichten ich mir vorbehalte.

München, chem. Laboratorium d. technischen Hochschule, den
21. März 1885.

Reagentien für das analytische Laboratorium.

Von

Dr. R. Wollny.

Bei der Bereitung der Reagentien für die qualitative, sowie auch für die quantitative Gewichtsanalyse hat man sich bisher damit begnügt dieselben nach ganz beliebigen Gewichtsverhältnissen darzustellen und anzuwenden. Man nimmt sich zwar meist wohl die Mühe die Reagentien für die Lösungen abzuwägen, weil es in sehr vielen Fällen wünschenswerth ist die Reagentien in ganz bestimmten Mengen

zu gebrauchen und deshalb die Concentration der verwendeten Lösungen genau zu kennen.

Es geschieht dies jedoch nicht nach einem bestimmten System, sondern ganz willkürlich, je nach der Löslichkeit und den Verwendungszwecken der betreffenden Reagentien, in einfachen Verhältnissen, z. B. 1, 2, 5, 10, 20 Theile auf 100 Theile Wasser.

Es liegt nun auf der Hand und bedarf sicherlich keiner ausführlichen Begründung, welche grossen Vortheil gegenüber diesen willkürlichen Lösungen solche Reagentien gewähren müssen, bei deren Bereitung ein System befolgt ist, bei welchen gleiche Maasse der Reagentien in bestimmter Beziehung zu einander stehen und wobei mit einem bestimmten Maasse der Lösung zugleich die Menge des darin enthaltenen Reagens, sowie von dessen Bestandtheilen bekannt ist.

Das zweckmässigste System hierfür ist ohne Zweifel das auch in der Maassanalyse angewandte System der sogenannten Normallösungen oder Grammäquivalente, wobei also für die Lösung eines Reagens ein einfacher Bruchtheil oder ein einfaches Multiplum des Aequivalentgewichts in Grammen abgewogen auf 1 Liter Lösung gebracht wird. So wenig zweckmässig sich dieses System auch in der exacten Maassanalyse erweist, wo es wegen der Veränderlichkeit verschiedener Maassflüssigkeiten auch keineswegs consequent durchgeführt werden kann, so praktisch und nutzbringend zeigt es sich in der Anwendung auf die gewöhnlichen Reagentien für die qualitative und die quantitative Gewichtsanalyse, da es dabei gar nicht auf absolute, respective möglichst grosse Genauigkeit ankommt, vielmehr die nur einigermaassen correcte Abwägung der Reagentien auf einer gewöhnlichen Receptirwage vollständig genügt. Ich habe mir schon seit längerer Zeit die meisten Reagentien nach Grammäquivalenten per Liter bereitet und die Stärke der Lösung, sowie einige andere für die analytischen Arbeiten oft gebrauchten Zahlen auf den Etiquetten notirt, wie in umstehenden Beispielen (siehe p. 404).

Die grossen Vortheile, bestehend in Ersparniss an Zeit, Arbeit und Materialien, welche mir diese Bereitungsweise der Reagentien gewährt, veranlasst mich dieselbe den Fachgenossen zur Nachfolge zu empfehlen und zweifle ich keinen Augenblick, dass jeder, der dieselbe einführt, die geringe Mühe der Darstellung (d. i. einfache Abwägung der Reagentien für die Lösungen) im Gebrauch reichlich belohnt finden wird.

Um die allgemeine Einführung solcher »Normalreagentien« möglichst zu erleichtern, habe ich 160 Etiquetten für die gebräuch-

CHLORWASSERSTOFFS. conc.

$\text{HCl} (+ \text{Aq.})$

H 2,74 Cl 97,26

MG. 36,5 VG. 1,1565

31,53 T. in 100 T.

365 g in 1 l = 10 Aeq.

BARYUMCHLORID

$\text{Ba Cl}_2 + 2 \text{ aq.} (+ \text{Aq.})$

Ba 56,20 Cl 29,05 H_2O 14,75

MG. 244 VG. 1,0878

11,2 T. in 100 T.

122 g in 1 l = 1 Aeq.

KALIUMCHROMAT

$\text{K}_2 \text{CrO}_4 (+ \text{Aq.})$

K_2O 48,41 CrO_3 51,59

MG. 194,5 VG. 1,3505

36,0 T. in 100 T.

486 g in 1 l = 5 Aeq.

KALIUMJODID

KJ.

K 23,50 J 76,50

MG. 166 VG. 3,0600

LÖSL. k. W. 120 : 100; h. W. 2 : 1; ALK. 1 : 7

AEQGEW. 166; J = 127.

Lösungen.

Trocken.

lichsten Reagentien, wie die nebenstehenden zusammengestellt und durch Druck vielfältigen lassen.

Bei der Wahl der Concentration habe ich, wo nicht eine bestimmte Verdünnung erwünscht schien, meist ziemlich concentrirte Lösungen gewählt, aus denen man verdünnere ja jederzeit leicht herstellen kann. Dass ich bei der Zusammenstellung durchweg das Zweckmässigste getroffen habe, will ich keineswegs behaupten und wird eine spätere Auflage der Etiquetten wohl noch manche durch die Erfahrung angezeigte Verbesserung anzubringen haben, auch verschiedentliche der Daten, die ich aus der mir zu Gebote stehenden

Literatur zusammengesucht habe, ohne sie genauer prüfen zu können,

mögen noch verbesserungsbedürftig sein, jedenfalls aber wird man beim Gebrauche der Etiquetten den Vorzug solcher Normalreagentien gegenüber den bisher üblichen ganz und voll empfinden.

Um dies noch näher in's Licht zu stellen, mögen die folgenden Beispiele dienen.

Man habe ein Silicat zu analysiren und dafür 1 g in den Platintiegel abgewogen. Man fügt nun hierzu (ungefähr gewogen) 6,1 g Kaliumnatriumcarbonat = 0,1 Aequivalent. Nach beendigter Zersetzung durch Glühen löst man die Schmelze in Wasser und etwas überschüssiger Salzsäure = $0,1 + n$ Aequivalent, also z. B. 0,15 Aequivalent = 15 cc concentrirter (10 äquivalentiger) Salzsäure — verdampft zur Trockne, befeuchtet mit 2 cc concentrirter (10 äquivalentiger) Salzsäure, verdünnt mit Wasser und filtrirt. — Die Hälfte des Filtrats wird mit Sodalösung beinahe neutralisirt — dazu sind nöthig beinahe 10 cc Normalsodalösung, also etwa 9 cc etc.

Ueberall wo es sich darum handelt einen Säure- oder Alkaliüberschuss zu neutralisiren, wird man die nöthige Menge genau kennen und der langwierigen Arbeit des vorsichtigen und tropfenweisen Neutralisirens unter Zuhülfenahme der Lackmuspapierprobe überhoben sein. Wo ein Ueberschuss des zu gebrauchenden Reagens zu vermeiden ist, hat man dies ganz in der Gewalt, und niemals braucht man im Zweifel zu sein, ob man von dem zu verwendenden Reagens auch wohl genug zugefügt habe, da die zur Analyse verwendete Menge Substanz einen sicheren Anhalt über das Minimum des zu gebrauchenden Reagens gibt. Man wird dabei sehr häufig die Erfahrung machen, dass man früher, beim Gebrauche von Reagentien unbestimmten Gehaltes, oft das 5- bis 10-, ja 50 fache der nöthigen Menge Reagens gebraucht habe, um eines Ueberschusses sicher zu sein. Kurz der praktische Analytiker wird beim Gebrauch der Normalreagentien eine grosse Erleichterung, Ersparniss an Zeit, Arbeit und Material, und das angenehme Gefühl der Sicherheit und exacten Arbeitens empfinden. Eben so zweckmässig werden sich diese Reagentien aber auch im Unterrichtslaboratorium erweisen.

Soll der Schüler z. B. die Reactionen des Baryums kennen lernen, so misst er in 8 Reagireylinder je 1 cc Normalchlorbaryumlösung ab und fügt dazu:

- 1) $\frac{1}{10}$ cc = 2 Tropfen concentrirte (10 äquivalentige) Kalilauge,
- 2) 10 „ verdünnte ($\frac{1}{10}$ äquivalentige) Kalilauge,

- 3) 1 cc Normalsodalösung,
- 4) 2 « $\frac{1}{2}$ äquivalentige Ammoniumoxalatlösung,
- 5) 0,2 « 5 äquivalentige Kaliumchromatlösung,
- 6) 0,5 « 2 äquivalentige Natriumphosphatlösung,
- 7) 1 « Normalschwefelsäure,
- 8) 0,2 « 5 äquivalentige Kieselfluorwasserstoffsäure.

Der Schüler kann sich dabei durch Filtrirversuche überzeugen, dass eine kleinere Menge des Reagens unzureichend, eine grössere Menge überflüssig ist und macht so die Versuche streng nach den theoretischen Aequivalentgleichungen auch praktisch durch, er wird sich dadurch gewöhnen die Reagentien in richtigen Mengenverhältnissen zu gebrauchen und überdies durch den Gebrauch der Reagentien die wichtigen stöchiometrischen Verhältnisszahlen leicht und sicher in's Gedächtniss einprägen. Dass auch dadurch eine ganz enorme Ersparniss an Reagentien eintreten wird, ist sicher, denn gerade der Anfänger thut im Gebrauche derselben gern des Guten zu viel.

Die Grundlage für den Gebrauch solcher Normalreagentien ist nun das Abmessen bestimmter Volumina derselben und gerade dies ewige Abmessen wird Manchem vielleicht etwas zu viel verlangt erscheinen,

Fig. 71.

hat man sich aber einmal daran gewöhnt, so wird man darin nichts Beschwerliches mehr erblicken und nie wieder zum Gebrauche unbestimmter oder willkürlicher Lösungen zurückkehren. Dazu gehört jedoch vor Allem eine Einrichtung um leicht und bequem bestimmte Maasse der Reagentien abmessen zu können. Dazu nun kann man verschiedene Wege einschlagen. Wer sich sein Laboratorium neu einrichtet, wird sich sehr zweckmässiger Weise die nebenstehend abgebildeten Pipettflaschen anschaffen, welche mit einer mit Gummiball versehenen Pipette ausgerüstet sind. Bei Fig. 71 ist dieselbe oben mit einem Gummiring umspannt und bildet den Stopfen — bei ätzenden Flüssigkeiten mittelst Glasschliffs schliessend, bei Fig. 72 ist

am oberen Ende der Pipette ein weiteres Glasrohr übergeschoben, welches als Kappenverschluss für die Flasche dient. Fig. 73 stellt eine Bürettflasche für Kalilauge, Natronlauge, Ammoniak, Kalk- und

Barytwasser dar; dieselbe ist für die Absorption der Kohlensäure mit Natronkalkröhren versehen.

Fig. 72.

Fig. 73.

Solche Pipettflaschen sind im Gebrauche sehr bequem — eine Verunreinigung der Reagentien durch am Halsrande angetrocknete und oft zersetzte Reste, sowie durch Staub ist ausgeschlossen (besonders bei Fig. 72) und sie sind nicht theurer als Flaschen mit eingebannter Schrift, welch' letztere in diesem Falle ganz entbehrlich ist, da eine Zerstörung des Etiquetts durch herablaufende Flüssigkeit nicht zu fürchten ist. Wer jedoch die bereits vorhandenen Reagentienflaschen weiter benutzen und doch die Normallösungen einführen will, kann sich zum Abmessen der Reagentien am einfachsten in Cubikcentimeter getheilter Reagircylinder bedienen. Dieselben kann man sich mit Hülfe einer Bürette und des Schreibdiamanten leicht selbst graduiren — auch wird jeder Mechaniker für wenig Geld diese Arbeit ausführen. Auf grosse Genauigkeit in der Theilung kommt es ja nicht an. 10—20 solcher Reagenscylinder von circa 20 cc Inhalt genügen vollständig, wenn man dieselben immer gleich nach dem Gebrauche spült und zum Trocknen umgestült wegstellt. Die Schüler können sich die Reagenscylinder am besten selbst graduiren und die Reactionen in diesen Cylindern selbst vornehmen, dann ist das Abmessen sehr einfach und mühelos, — Zehntel-Cubikcentimeter werden durch Tropfen abgemessen (15—30 Tropfen = 1 cc).

Die oben beschriebenen Reagentienflaschen, sowie auch die 160 Etiquetten (nebst einem Fläschchen Leim und einem dito Copallack zum Ueberstreichen der Etiquetten) können von Dr. Robert Muencke, Luisenstrasse 58, Berlin NW, bezogen werden.

Nymwegen, Chemisches Laboratorium des Verfassers, April 1885.

Eine neue Methode zur maassanalytischen Bestimmung des Chlors.

(Briefliche Mittheilung.)

Von

E. Bohlrig.

Meiner titrimetrischen Chlorbestimmungsmethode, wie sie in Bd. 1, pag. 472 der 6. Aufl. von R. Fresenius' Anleitung zur quantitativen Analyse zur Aufnahme gekommen ist, möchte ich eine weitere hinzufügen, welche eben so genau und dabei noch einfacher ist.

Diese Methode beruht auf der grossen Unlöslichkeit des oxalsauren Silberoxyds und dessen fast momentaner Umsetzung mit gelösten Chlormetallen in neutralen Lösungen.

Soll in einer beliebigen Lösung Salzsäure oder ein Chlormetall bestimmt werden, so wird ein gewisses Volum derselben mit basisch kohlensaurer Magnesia einige Secunden gekocht, filtrirt und je nach der Concentration ein aliquoter Theil dieses Filtrates nach dem Abkühlen, beziehungsweise Verdünnen, mit trockenem oxalsaurem Silber geschüttelt, nach kurzem Stehen filtrirt und die Hälfte des ursprünglichen Volums mit concentrirter Schwefelsäure versetzt und mit Chamäleonlösung, welche auf $\frac{1}{10}$ -Normaloxalsäure eingestellt ist (jeder Cubikcentimeter Chamäleon entspricht dann 0,007 g Chlor), in gewöhnlicher Weise titirt.

Die geringe Löslichkeit des oxalsauren Silbers wird mit Chamäleonlösung ein für allemal bestimmt und für ein bestimmtes Volum in Abrechnung gebracht.

Ich bediene mich dieser Methode mit vielem Vortheil bei Wasseranalysen. Bei Gegenwart von organischen Stoffen fällt man das gebildete oxalsaure Salz zuvor mit Chlorcalcium und Ammoniak aus und titirt den gewaschenen oxalsauren Kalk.