Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie.

I. Allgemeine analytische Methoden, analytische Operationen, Apparate und Reagentien.

Von

W. Fresenius.

Tabellen zur Analysenberechnung hat R. Bensemann*) angegeben; ich verfehle nicht, auf dieselben hier hinzuweisen.

Zum Trocknen der Halogenwasserstoffsäuren mit Phosphorsäureanhydrid. Die Einwirkung von Chlorwasserstoffgas auf Phosphorpentoxyd besprechen G. H. Bailly und G. J. Fowler**) in einem Artikel, der im übrigen von der Einwirkung von Chlor-, Brom- und Jodwasserstoffgas auf Quecksilber bei Gegenwart von Sauerstoff handelt. Während ich in letzterer Beziehung auf das Original verweise, gehe ich auf die erstere Reaction deshalb hier ein, weil sie bei der Anwendung von Phosphorsäureanhydrid zum Trocknen von Gasen von einer gewissen Bedeutung ist.

Die Verfasser haben gezeigt, dass Phosphorpentoxyd, wenn es längere Zeit in Berührung mit Salzsäuregas ist, anfangs langsam, dann intensiver und schliesslich wieder langsamer einen Theil des Gases absorbirt. Lässt man die Reaction sich bis zu Ende vollziehen, so entspricht die absorbirte Salzsäuremenge der durch die Formel $\text{P}_2\text{O}_5 + 3 \text{HCl} = \text{POCl}_3 + \text{H}_3\text{PO}_4$ verlangten Quantität. Auch auf andere Weise haben die Verfasser nachgewiesen, dass sich in der That diese Reaction vollzieht. Die anfänglich nur geringe Absorption der Salzsäure kommt daher, dass diese zuerst die dem Phosphorsäureanhydrid anhaftende Luft verdrängen muss, ehe die Reaction eintreten kann. Dieser Umstand erklärt es auch, weshalb die Verfasser bei relativ kurzem Ueberleiten von Salzsäuregas über Phosphorpentoxyd, das sich in einer gewogenen Glasröhre befand, eine irgend merkliche Gewichtszunahme nicht beobachteten.

Bromwasserstoffsäure verhält sich analog, Jodwasserstoffsäure bildet kein Oxyjodid.

Die von Mallet***) beobachtete Thatsache, dass Fluorwasser-

*) Zeitschrift f. angew. Chemie 1889, S. 87.

**) Journal of the chemical society 53, 755.

***) Chem. News 44, 164.

stoffsäure von Phosphorpentoxyd zurückgehalten wird, sind die Verfasser geneigt, in analoger Weise zu erklären.

Zur Entfernung von Schmelzen aus den Platintiegeln hat L. L. de Koninck*) ein Verfahren angegeben, welches selbst bei alten Tiegeln leicht und sicher gelingen soll. Ich gebe die Beschreibung mit des Verfassers Worten:

»Sobald das Schmelzen fertig ist, taucht man senkrecht in die Mitte der geschmolzenen Masse das spiralförmig gewundene Ende eines 8 bis 10 cm langen Platindrahtes, welcher oben in einer Oese endet. Der Draht wird in dieser Lage bis zum Erstarren der Masse gehalten. Nach vollständigem Erkalten wird der Tiegel vermittelt eines zweiten, an beiden Enden hakenförmig gebogenen Drahtes an einem Glasstabe aufgehängt, so dass er einige Millimeter oberhalb eines passenden Dreieckes schwebt. Dann wird der Tiegel mittelst einer starken Lampe schnell erhitzt; sobald die äussere Schicht wieder geschmolzen ist, fällt der Tiegel auf das Dreieck und die Hauptmasse bleibt am Platindraht hängen. Man zieht schnell die Masse aus dem Tiegel und entfernt gleichzeitig die Lampe. Die beschriebene Handhabung gelingt sicher, selbst wenn der Tiegel alt und seine Fläche rauh ist; die geringe Menge der im Tiegel hängen bleibenden Schmelze kann darin leicht gelöst werden. Die Hauptmenge hängt als Klumpen am Platindraht und kann so in das Lösungsmittel gehängt werden, so dass die Lösung viel schneller als sonst geschieht, da die Masse in den oberen, am wenigsten gesättigten Schichten bleibt. Dieses Verfahren ist ganz besonders zu empfehlen zur Auflösung der Sulfatmasse, welche man beim Schmelzen von titanhaltigen Stoffen mit saurem schwefelsaurem Alkali bekommt; hierbei muss ja die Auflösung in der Kälte geschehen, was bei der gewöhnlichen Ausführung sehr zeitraubend ist.«

Die Vermeidung gewogener Filter beim Wägen nicht geglühter Niederschläge, welche zuerst von R. Fresenius**) bei Bestimmung des Kaliums als Kaliumplatinchlorid in Vorschlag gebracht worden ist, hat L. L. de Koninck***) neuerdings einer allgemeineren Beachtung empfohlen. Er hebt weiter hervor, dass sich in analoger Weise auch

*) Zeitschrift f. angew. Chemie 1888, Heft 20; vom Verfasser eingesandt.

**) Diese Zeitschrift 15, 224 und 16, 63.

***) Zeitschrift f. angew. Chemie 1888, Heft 15; vom Verfasser eingesandt.