Apparate zur quantitativen chemischen Analyse;

von

G. Neumann.

(Aus dem anorganischen Laboratorium der Königl. Technischen Hochschule zu Aachen.)

I. Eine neue Bürette für Gasanalyse.

Das von mir vor ca. einem Jahr beschriebene Hydrometer¹⁾ zur Bestimmung von Metallen in Schlacken gestattet nicht blos diese Untersuchungen, sondern hat sich auch bei anderen analytischen Arbeiten als brauchbar und praktisch bewährt. So gelang es mir, bei Anwendung dieses Apparates die Bestimmung von Thallium²⁾ in Salzen bequem, verhältnissmässig schnell und genau auszuführen. Neuerdings habe ich erfahren, dass das etwas abgeänderte Hydrometer auch einige bekanntere Apparate für die Gasanalyse ersetzen kann, ja sogar ihnen gegenüber besondere Vortheile bietet.

Der Apparat stellt sich in seiner neuen Form (s. Fig. 1 Taf. II) folgendermassen dar:

Die aus einer Glaskugel *A* von beinahe 100 Ccm. und einer daran befindlichen in $\frac{1}{10}$ Ccm. eingetheilten, ca. 80 Ccm. fassenden Glasröhre *B* bestehenden Bürette hat ihren Nullpunkt am Ende des kugelförmigen Theiles am Schlüssel eines Dreiweghahnes *a*. Sie endigt mit einem gutschliessenden Hahn *b*, dessen Bohrung ca. 5 Mm. weit ist. Seitlich führt die Bürette einen Ansatz *c*, der mit der Röhre einen Winkel von ca. 45° bildet und eine Schlauchverbindung mit der Niveauröhre *D* gestattet. Diese Niveauröhre ist von gleicher Weite wie der graduirte Theil der Bürette und in ihrem unteren Ende zu einer Kugel *E* von ca. 100 Ccm. aufgeblasen. Unterhalb des Hahnes *c* ist die Bürette ca. 0,5 Dcm.

¹⁾ G. Neumann, Z. anal. Chem. 1887, S. 530.

²⁾ G. Neumann, Ber. 1888, S. 356 u. Ann. Chem. 244, 349.

fortgesetzt. Oberhalb des Hahnes *a* befindet sich ein Glockentrichter, in welchen mittelst Schliff eine 100 Ccm. fassende Röhre *F* eingesetzt werden kann. Am oberen geschlossenen Ende dieser zweiten Bürette liegt der Nullpunkt; auch führt sie seitlich einen Tubus, der wie *c* einen Winkel von 45° mit der Röhre bildet und durch Gummischlauch mit dem *D* ganz analogen Niveauröhr *G* in Verbindung steht. Dieser Apparat kann nun folgendermassen benutzt werden:

1. Hydrometer: Man beschicke ein ca. 200 Ccm. fassendes Kölbchen mit der zu zersetzenden Substanz und verfähre dann so, wie ich es früher beim Hydrometer angegeben habe.¹⁾ Um Unannehmlichkeiten durch falsche Hahnstellung während der Arbeit zu vermeiden, verschliesse man die Längsbohrung des Hahnes *a* mit Schlauchstück und Quetschhahn.

Sollte die Gasmenge weniger als 100 Ccm. betragen und somit die Kugel *A* nicht ganz erfüllen, so lässt sich dennoch die Messung mit Hülfe des Aufsatzes *FG* bewerkstelligen. Zu diesem Zwecke schliesst man den Verbindungsschlauch von *FG* mittelst Quetschhahn und füllt *F*, indem man das geschlossene Ende nach unten hält, mit Wasser; alsdann giesst man gleichfalls Wasser in die Niveauröhre *G* und lässt, während man *F* tief stellt, *G* hebt und den Quetschhahn vorübergehend lüftet, alle eingesackte Luft aus dem Gummischlauch heraus. Die so vorbereitete Röhre senkt man, an der Mündung mit dem Finger verschlossen, in den mit Wasser gefüllten Glockentrichter ein und dreht sie im Schliff fest. Nunmehr wechselt man die Stellungen der Röhren *G* und *D*, bewirkt durch Hahn *a* Communication zwischen der kleinen und der grossen Bürette und lässt

¹⁾ Verzichtet man darauf, die Bürette auch als Bunte'sche Bürette zu gebrauchen (siehe weiter unten), so ist bei grossen Mengen von Gas eine oberhalb des Tubus *c* in den Apparat eingeblasene Kugel *C* von besonderem Vortheil, denn sie hindert dasselbe, falls es sich beim Kochen des Hydrometerinhaltes ausdehnt, am Uebersteigen in die Niveauröhre *D*. Aus analogen Gründen habe ich mir seit längerer Zeit auch an das untere Ende des Lunge'schen Nitrometers eine Kugel angeblasen und kann diese geringe Abänderung als sehr praktisch empfehlen.

durch sehr vorsichtiges Oeffnen des Quetschhahnes zwischen *F* und *G* ganz allmählich das Gas in die Höhe steigen. Dieses Ueberführen des Gases gelingt bei gehöriger Ruhe und Vorsicht sehr gut. Ins Niveau stellen kann man nun direct mit *D* oder, wenn man den Quetschhahn lüftet, mit *G*.

Für Thalliumbestimmungen verwende man Kölbchen, wie sie früher a. a. O. beschrieben sind, nur mit dem Unterschiede, dass man ihnen statt 100 Ccm. 200 Ccm. Inhalt giebt.

2. Bunte'sche Bürette: Verschliesst man den Schlauch des Ansatzes *c* mit Quetschhahn und setzt in die Röhre unterhalb des Hahnes *b* mit Gummistopfen ein capillares Rohr ein, so ist die Bürette genau wie die Bunte'sche zu benutzen. (Siehe Fig. 1 *H*.) Sie gestattet aber noch den Vortheil, zum Schluss der Analyse durch einfaches Lüften des Quetschhahnes sofort ein Insniveaustellen zu bewerkstelligen. Dieses Verfahren ist, abgesehen von der Bequemlichkeit der Handhabung, auch noch insofern dem bei der Bunte'schen Bürette vorzuziehen, als bei dem neuen Apparat sich keine Luft in dem zur Niveauröhre führenden Gummischlauch einsacken kann, was bei jener aber sehr leicht passiert dadurch, dass der Schlauch beim Ueberstreifen über den unteren Theil oder dieser untere Theil selbst ihr Wasser heraustropfen lassen. Auch hier kommt dem Analytiker ganz besonders der Umstand zu statten, dass er mit grossen Mengen Gas arbeiten kann und trotzdem in dem Quantum des absorbirbaren Gastheiles unbeschränkt ist, indem er event. den Aufsatz *F* beim Ablesen zu Hülfe nehmen kann. Die Mess- und die Niveauröhre müssen für die Niveaueinstellung stets ein und dieselbe Flüssigkeit enthalten. (Ich mache auf diesen an sich selbstverständlichen Umstand hier ganz besonders aufmerksam, weil ich beim Unterricht im gasanalytischen Laboratorium ihn sehr häufig vernachlässigen sah). Aus diesem Grunde muss event. die Bürette in der beim Hydrometer beschriebenen Weise (siehe a. a. O.) ausgewaschen werden.

3. Zulkowsky'scher Stickstoffbestimmungs-Apparat, abgeändert von H. Schiff: Setzt man mittelst

Gummischlauch an den unteren Theil der Bürette ein gebogenes, sich verjüngendes und mit Quecksilber gefülltes Rohr (siehe Fig. *J*) und lässt Hahn *b* offen, so kann der Apparat direct mit der Verbrennungsröhre verbunden und ebenso wie der Schiff'sche Apparat benutzt werden.

4. Lunge'sches Nitrometer: Schliesst man Hahn *b*, so ist die Bürette ohne weiteres als Nitrometer zu gebrauchen. Als Zersetzungsgefäss benutze ich eine tubulirte Flasche *k* von ca. 150 Ccm. Inhalt, in deren Hals mittelst Gummistopfen sich eine ca. 100 Ccm. fassende Retorte *L* mit nicht enger Röhre befindet. Zum Gebrauch nimmt man die Retorte sammt dem Stopfen vom Kolben, bringt in diesen die Analysensubstanz, in jene die Zersetzungsflüssigkeit, schiebt den Stopfen, indem man beide Gefässe neigt, in den Kolbenhals, verbindet die Tubulatur mit der gefüllten Bürette mittelst Schlauch und lässt erst jetzt die Flüssigkeit in den Kolben fließen. Diese Vorrichtung hat den Vortheil, dass sie, wenn nothwendig, Erhitzen der Substanz mit der Flüssigkeit ohne Gefahr für das Zersetzungsgefäss selbst gestattet. Sie empfiehlt sich ausserdem ganz besonders dadurch, dass sie von Jedermann ohne besondere Geschicklichkeit in kürzester Zeit selbst hergestellt werden kann.

II. Eine bequeme Filtrirvorrichtung.

Das Filtriren und Auswaschen bei den quantitativen Analysen ist sowohl zeitraubend als recht langweilig. Ein die Arbeit zum grössten Theil selbstthätig vollziehender Apparat muss daher dem analysirenden Chemiker willkommen sein, und eine solche Vorrichtung, welche von Herrn stud. Hagemann im hiesigen Laboratorium mehrfach mit Erfolg benutzt worden ist, mag im Folgenden beschrieben werden. (Siehe Fig. 2 Taf. II.)

Sie besteht aus einem Trichter *T*, welcher mit einem luftdicht aufgeschliffenen Deckel *D* verschlossen werden kann. Durch einen in den Tubus *K* des Deckels eingesetzten Stopfen führt das gegen die Trichterwand gerichtete, schwach spiralig gebogene Rohr *R*. Fließt durch dieses Rohr eine

Flüssigkeit, so läuft sie in Windungen an der Wand des Trichters entlang, so dass also ein etwa sich darin befindliches Filter mit Niederschlag vollständig von der Flüssigkeit benetzt und ausgewaschen wird.

Für den Gebrauch befestigt man den Trichter mittelst eines gut schliessenden Gummistopfens auf einer Saugflasche, welche mit einer Saugpumpe in Verbindung steht. Das Rohr *R* des Trichters wird mit einem in die zu filtrierende Flüssigkeit reichenden Rohr verbunden und nun schwach gesaugt. Alsdann entsteht im Trichter ein luftverdünnter Raum, sodass die Flüssigkeit aus dem Gefässe in den Trichter fliesst. Es wird nun gerade so viel Flüssigkeit übersteigen, als Luft ausgesaugt wird. Durch Regulirung des Hahnes der Saugpumpe wird bewirkt, dass die Flüssigkeit im Trichter constantes Niveau behält. Um das Zerreißen des Filters zu verhüten, ist es zweckmässig, einen Conus von Platin oder Pergamentpapier unter dasselbe zu legen.

III. Ein Tropftrichter mit Dreiweghahn. (Fig. 3 Taf. II.)

Eine in der analytischen Chemie häufig vorkommende Arbeit ist die Destillation im Dampf- oder Gasstrom. In den meisten Fällen, wie z. B. bei den Apparaten zur Bestimmung von Kohlensäure nach Classen¹⁾ oder nach Kolbe-Fresenius²⁾ oder zur Bestimmung des Werthes von rohem essigsaurem Natron vom Verfasser³⁾ etc. kann man an Stelle des aufgesetzten Scheidetrichters und der Gaszuleitungsröhre einen die Functionen beider verrichtenden Trichter anwenden. Es ist dieses ein Tropftrichter von beliebiger Grösse; er unterscheidet sich von den bisher gebräuchlichen dadurch, dass er je nach Hahnstellung durch einen Dreiweghahn an Stelle der gewöhnlichen die Communication der Trichterröhre mit dem kugelförmigen Theil und mit der äusseren Luft gestattet. Ferner ist ihm am Flüssig-

¹⁾ Classen, Handbuch der quantit. chem. Analyse, 3. Aufl. S. 44.

²⁾ Fresenius, Anleitung z. quantit. chem. Analyse, 6. Aufl. S. 449.

³⁾ Siehe folgende Abhandlung.

keitsreservoir statt des gewöhnlichen Glasstöpsels eine Röhre eingeschliffen, welche sich verjüngt und rechtwinklig umgebogen ist.

Dieser Apparat gestattet in folgender Weise zu arbeiten: Man setze mit Hilfe eines Gummistopfens den Trichter auf das Destillationsgefäss und befestige durch Kautschukschlauch am oberen Auslass des Trichters und an der Längsröhre des Hahnes ein T-Stück, wie die Figur zeigt. Dieses T-Stück führt zum Entwicklungsapparat desjenigen Gases, in dessen Atmosphäre man destilliren will. Sind die Längsbohrung des Hahnes und das Trichterrohr mit einander in Verbindung, so tritt das Gas direct in das Destillationsgefäss ein, und man kann während des Durchleitens den mit Quetschhahn abgeschlossenen Aufsatz herunternehmen und die Kugel mit Flüssigkeit füllen. Soll diese letztere in den Destillationskolben einfließen, so setzt man die Kappe auf, öffnet den Quetschhahn und stellt die Communication zwischen Trichterkugel und Trichterröhre her.

Diese Einrichtung hat folgende Vorzüge gegen die bisher gebrauchten: Für zwei verschiedene Zuleitungen zum Destillationsgefäss ist nur eine Röhre in den Verschlussstopfen des Kolbens einzusetzen, was einerseits gestattet einen enghalsigen Kolben, z. B. bei der Kohlensäurebestimmung nach Classen, anzuwenden und ferner eine Stelle vermeidet, an welcher Undichtigkeit des Apparates auftreten kann. Ein grösserer Vortheil dieses Trichters liegt aber darin, dass beim Zulassen der Flüssigkeit sich die Druckverhältnisse im Apparat nicht ändern und so bei Ueberdruck im Destillationskolben theils Entweichen von Gas durch die Trichterröhre, theils Herausschleudern von Flüssigkeit, z. B. conc. Schwefelsäure, durch den Trichter, wodurch bisher mitunter arge Verletzungen des Arbeiters hervorgerufen wurden, vermieden ist.

IV. Eine Literflasche mit Aufsatz. (Fig. 4 Taf. II.)

Im Anschluss an die genannten Apparate theile ich noch kurz die Beschreibung einer von mir für bestimmte

Zwecke als recht vortheilhaft befundenen Literflasche mit. Sie besteht aus einem Kolben mit Marke, auf welcher, ähnlich wie bei der Drechsel'schen Waschflasche, ein Aufsatz geschliffen ist (siehe Figur). Diese Flasche gestattet bei Destillationen, bei denen das Destillat zur Titration benutzt werden soll, ohne Umgiessen der betreffenden Flüssigkeit (z. B. bei der Werthbestimmung des rohen essigsauren Natrons¹⁾) directes Auffüllen bis zu einem bestimmten Volumen.

Werthbestimmung des rohen essigsauren Natrons;

von

G. Neumann.

(Aus dem anorganischen Laboratorium der Königl. Technischen Hochschule zu Aachen.)

Die Fabrikation essigsaurer Salze zum Zweck der Darstellung concentrirter Essigsäure beschränkte sich in Deutschland bisher ausschliesslich auf die Gewinnung des holzessigsauren Kalks. Seit ca. 1¹/₂ Jahren hat die Emde'sche Fabrik in Emdenau bei Wildungen, einerseits gezwungen durch ihre Lage weitab von kalkreichen Gegenden, andererseits weil Natriumacetat infolge seines höheren Procentgehalts an Acetat viel billiger zu transportiren ist und bei der Zersetzung sogleich concentrirte Essigsäure liefert, es für praktischer erachtet, statt der Kalksalze nach einem schon längere Zeit in Südfrankreich und Ungarn²⁾ gebräuchlichen Verfahren essigsaures Natron aus Soda herzustellen. Mit dem Wechsel des Rohmaterials hat sich auch eine Aenderung in Bezug auf die analytischen Untersuchungen, welche den Fabrikbetrieb reguliren helfen, als wünschenswerth herausgestellt. Ich habe mich kürzlich mit diesem

¹⁾ Siehe folgende Abhandlung.

²⁾ Z. B. Fabrik des Grafen Palfy in Felső-Diós.