Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie.

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

2. Auf angewandte Chemie bezügliche.

Von

W. Tetzlaff.

Über mikrochemische Analyse hat F. Emich¹⁾ auf der Versammlung Deutscher Naturforscher und Ärzte in Salzburg einen orientierenden Vortrag gehalten, in welchem er speziell darlegt, welche Arten der Feststellung der mikrochemischen Untersuchung zugänglich sind, während er auf die Methodik selbst nur ganz kurz eingeht. Er weist auf den prinzipiellen Unterschied hin, dass die makrochemische Analyse in erster Linie zur Charakterisierung der Körper sich der schwer löslichen Verbindungen bedienen muss, während die mikrochemische Identifizierung sich in erster Linie auf die Herstellung charakteristischer Kristalle und ihre Erkennung nach Form, Brechungsvermögen²⁾, Kantenwinkeln und Verhalten im polarisierten Licht gründet. Infolge davon arbeitet letztere häufig mit völlig anderen Verbindungen. Wesentlich wichtig ist die ausserordentlich grosse Empfindlichkeit mikrochemischer Methoden.

Einen allgemeinen, rein mikrochemischen Gang zur Erkennung der Einzelbestandteile unbekannter Mischungen hat man noch nicht aufstellen können, man muss die Prinzipien makrochemischer Analyse der mikrochemischen Arbeitsweise anpassen, wie dies namentlich von Schoorl³⁾ geschehen ist.

Der Verfasser gibt dann noch einige spezielle Hinweise auf quantitative mikrochemische Methoden. Er weist namentlich auf die Mikrowage von Nernst und auf die von Steele und Grant⁴⁾ hin. Letztere ist in zwei Typen konstruiert, von denen der eine eine Empfindlichkeit

1) Verhandlungen der Gesellschaft Deutscher Naturforscher und Ärzte Leipzig 1910 I, Sonderabdruck; vom Verf. eingesandt.

2) In dieser Hinsicht verweist Emich auf eine Abhandlung von H. Bolland, Monatshefte f. Chemie **31**, 387.

3) Vergl. diese Zeitschrift **46**, 658; **47**, 209, 367, 729; **48**, 209, 401, 593, 665.

4) Proceedings of the Royal Society, London, Ser. A. Vol. 82.

von 4 Millionstel Milligramm, der andere eine solche von 1 Zehntausendstel Milligramm besitzt.

Im Anschluss daran berichte ich über einige Beiträge zur mikrochemischen Analyse von Emich und seinen Mitarbeitern.

Über die Behandlung kleiner Niederschlagsmengen machen Emich und Donau¹⁾ Mitteilung.

Zum Filtrieren sehr kleiner Niederschläge benutzen die Verfasser ausgestanzte Scheibchen aus Filtrierpapier von 8—10 mm Durchmesser. Diese legen sie auf das scheibenförmig verbreiterte obere Ende eines Kapillarröhrchens aus Glas, Quarz oder Platin. Dieses Röhrchen wird mittels eines Korks in den Tubus einer Glocke gesteckt, auf deren Bodenplatte das zur Sammlung des Filtrats dienende Schälchen oder Uhrglas steht. Ein zweiter Tubus der Glocke nimmt das zur Luftpumpe führende Rohr auf. Das Papierfilter wird durch Andrücken an ein mit Vaseline bestrichenes Glasrohr am Rande eingefettet und mit einer stecknadelkopfgrossen, abgerundeten Spitze eines Glasstabs etwas in die Kapillare gedrückt. So vorbereitet, kann das Mikrofilter den zu filtrierenden Tropfen leicht aufnehmen. Filtrieren und Auswaschen nimmt nur wenige Minuten in Anspruch.

Zum Glühen und Wägen der so abfiltrierten Niederschläge benutzen die Verfasser sogenannte Taschen aus dünnem Platinblech, die mit einem Draht zum Aufhängen über dem Brenner und der Wage versehen sind. Das Filter wird auf die Platinfolie, die mehr als doppelt so breit ist wie der Durchmesser des Filters, gelegt und diese dann so gefaltet, dass das Papier wie in einer Tasche darin liegt. Man kann statt dessen auch das Filter zusammenrollen und in Platinfolie wickeln.

Die Verfasser geben eine Reihe qualitativer und quantitativer Untersuchungen an, die sie mit Hilfe dieser Vorrichtung ausgeführt und die sehr befriedigende Ergebnisse geliefert haben.

Im Anschluss hieran beschreibt J. Donau²⁾ ein Filterscheibchen für mikroanalytische Zwecke, das ganz analog einem Goochiegel benutzt wird.

Ein Scheibchen von 15 mm Durchmesser aus feiner Platinfolie wird unter Freilassen eines 3—4 mm breiten Randes mit einer feinen

¹⁾ Sitzungsberichte der kaiserl. Akademie der Wissenschaften in Wien, mathem.-naturw. Klasse, Bd. 118, Abt. II b; von den Verfassern eingesandt.

²⁾ Ebenda Bd. 119, Abt. II b; vom Verfasser eingesandt.

Fig. 29.

Nähnadel etwa 60—80 mal gelocht, dann auf einen Gummistopfen gelegt und mit einem dicken runden Glasstab, dessen Durchmesser entsprechend kleiner als die Platinfolie ist, nach unten gedrückt, so dass ein flaches Schälchen entsteht. Dies setzt man auf die oben beschriebene Filtrierkapillare und bildet durch Eingiessen und Absaugen von feinem Asbestbrei eine Filterschicht. An das Platinblech, das zur Herstellung des Schälchens dienen soll, ist ein feiner Platindraht angeschweisst, der zu einem Aufhängehaken umgebogen wird.

Über Maßanalytische Versuche mit kleinen Flüssigkeitsmengen berichtet F. Pilch¹⁾. Er bedient sich eines kleinen Kugelapparates R, an dem beiderseits je eine Bürette a und b von 40 cm Länge und 0,35 cm Durchmesser angeschmolzen ist, und der eine Ablaufröhre d und eine mit einem Glasstöpfchen verschliessbare Halsröhre c hat. Fig. 29 zeigt die Einrichtung des oben mit einer Holzleiste und Schnur zum Aufhängen versehenen kleinen Apparates. Die drei Hähne sollen möglichst nahe an der Kugel angebracht sein und werden etwas mit Vaseline gefettet.

¹⁾ Sitzungsberichte der kaiserlichen Akademie der Wissenschaften in Wien, mathem. - naturwissenschaftl. Klasse Bd. 119, Abt. II b; vom Verfasser eingesandt.

Unter Anwendung von 1 mg gelang es, bis auf 0,5 % genaue Bestimmungen auszuführen. Alkalimetrische Bestimmungen gelangen gut unter Anwendung von Jodeosin als Indikator.

Die Bestimmung von Stickstoff als Ammoniak führt der Verfasser nach Kjeldahl aus. Der Aufschluss erfolgt in einem mit Kugelschluss versehenen Proberöhrchen mit 1 cm Schwefelsäure, einem Körnchen Kaliumsulfat und einem Tröpfchen Quecksilber.

Die Destillation führte der Verfasser in einem Apparat aus, dessen wesentlichster Teil in Fig. 30 dargestellt ist. Um den Einfluss des Alkaliegehaltes des Glases völlig auszuschliessen, ist das knieförmige Kühlerrohr aus Platin hergestellt; es ist mit seinem schräg abwärts gerichteten Ende in einen unten mit Porzellanschrot gefüllten Vorstoss

Fig. 30.

eingesetzt. Die von dem Verfasser angegebenen Beleganalysen, auch jodometrische¹⁾, zeigen recht befriedigende Übereinstimmung.

Durch einen Aufsatz für Gaswaschflaschen, Spritzflaschen u. s. w. mit Abschlussvorrichtung will Franz Michel²⁾ bei diesen Geräten einen Ersatz für die Glas- oder Quetschhähne schaffen. Der die Mündung der Flasche verschliessende Gummi- oder paraffinierte Korkstopfen ist mit einer Durchbohrung versehen und trägt in dieser eine kurze, bewegbare, aber gut anschliessende Glasröhre. Oberhalb des Stopfens wird diese kugelig aufgeblasen, während ihr unteres Ende zugeschmolzen ist und etwas höher seitlich in der Wandung eine Öffnung besitzt. Innerhalb dieser Röhre verläuft das Gaszuleitungsrohr. Es durchsetzt erstere oben an der Kugel und unten, an welchen beiden Stellen es eingeschmolzen ist, und führt bis auf den Boden der Flasche. Ferner trägt die Kugel das seitlich angesetzte Gasableitungsrohr. Das durch die Zuleitungsröhre in die Flasche eintretende Gas strömt aus ersterer durch die Öffnung des im Stopfen sitzenden Rohres in dieses und entweicht aus ihm durch die Kugel und die Ableitungsröhre. Soll die Flasche ausser Tätigkeit gesetzt werden, so zieht man den Aufsatz so weit aus dem Stopfen heraus, dass die erwähnte Öffnung der kurzen Röhre innerhalb des Stopfens liegt, wodurch also ein Abschluss gegen die atmosphärische Luft erreicht wird. Ausserdem ist mit dieser Vorrichtung eine Regulierung des Gasstromes zu erzielen, indem man durch Verschieben der Glasröhre in dem Stopfen ihre Öffnung teilweise durch den letzteren verschliesst. Auch für Spritzflaschen ist der Aufsatz zu verwenden, nur muss man in diesem Fall den oberen Teil entsprechend umgestalten. Etwa mitgerissener Speichel sammelt sich unterhalb der mehrfach genannten Öffnung an und kann dann leicht entfernt werden. Der Aufsatz ist von der Firma Dr. Heinrich Göckel & Co., Berlin NW. 6, zu beziehen.

Eine neue praktische Rührerarmatur beschreibt A. Bertheim³⁾. Die vertikal stehende, hohle Welle des Rührwerks, in welche die gläsernen Rührer eingesetzt werden, läuft oben und unten in je einem Kugellager, welche an den beiden Armen einer aus Gusseisen herge-

¹⁾ Hierbei wurde das Hahnfett, um seinen Einfluss auf die Jodlösung auszuschliessen, zunächst einige Zeit mit Jodlösung gleicher Konzentration behandelt.

²⁾ Chemiker-Zeitung **35**, 72.

³⁾ Chemiker-Zeitung **32**, 1107.