Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie.

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

Literatur. Das anorganisch-chemische Praktikum von E. H. Riesenfeld¹⁾, dessen 2. Auflage, Band 50, 176 und dessen 3. Auflage, Band 53, 279 besprochen worden ist, liegt nun abermals in einer neuen Auflage vor. Die Tatsache, dass das Buch innerhalb 10 Jahren zum dritten Male neu erschienen ist, zeigt, dass es einem tatsächlichen Bedürfnis entspricht und seine Aufgabe, eine Anleitung zur Einführung in die praktische Betätigung in der Chemie und zwar auf analytischem und präparativem Wege zu bieten, mit besonders gutem Erfolge gelöst hat. An der bewährten Anlage des Werkes ist nichts Wesentliches geändert. Neue Erfahrungen sind auch diesmal eingefügt. Das Buch wird wie in seinen vorigen Auflagen, so auch in dieser 4. zweifellos beim Unterricht der Anfänger gute Dienste leisten.

W. Fresenius.

Zur Ausführung der Ätzprobe auf Fluor speziell für Natriumfluorid empfiehlt William Partridge²⁾ 10 mg mit 2—3 ccm 25 % iger H_2SO_4 in einem Reagensglas zu übergießen und mit etwas Butterfett zu überschichten. Stellt man das Reagensglas sodann 3 Stdn. lang in ein Wasserbad von 80—90°, entleert, reinigt und trocknet es dann, so zeigt sich an der Berührungsstelle von Schwefelsäure und Butterfett ein Ätzring.

W. Fresenius.

Auf eine Fehlerquelle bei der Anwendung mancher Asbestsorten weist O. Schuppli³⁾ hin. Guter Asbest zeigt, auch wenn er vorher befeuchtet und dann wieder getrocknet ist, beim Glühen keinen Gewichtsverlust. Manche Asbestsorten aber binden, bzw. enthalten Wasser, das beim Trocknen nicht, wohl aber beim Glühen weggeht. Filtriert man auf solchem Asbest organische Substanzen, deren Menge dann durch Ermittlung des Glühverlustes bestimmt werden sollen, so erhält man natürlich unrichtige Werte.

W. Fresenius.

Zur Bestimmung des Tropfpunktes, insbesondere bei der Untersuchung der Bitumina, hat F. Dupré⁴⁾ eine Modifikation des Apparates von Ubbelohde⁵⁾ angegeben. Dieser Autor hat in seiner grundlegenden Arbeit die früheren Vorschläge zur Tropfpunktsbestimmung von Pohl und Finkener kritisch besprochen, gezeigt, wie man nach Finkener zu richtigen Werten gelangen kann und dann seinen gleiche Ergebnisse liefernden Apparat beschrieben. Pohl überzieht die Thermometerkugel

¹⁾ Leipzig, Verlag v. S. Hirzel 1920. — ²⁾ Analyst 44, 234 (1919); durch Chem. Zentrbl. 90, IV, 988 (1919). — ³⁾ Mitt. Lebensmittelunters. u. Hyg. 9, 274 (1918); durch Chem. Zentrbl. 89, II, 1076 (1918). — ⁴⁾ Chem. Ztg. 42, 398 (1918). — ⁵⁾ Ztschrft. angew. Chem. 18, 1220 (1905).

durch Eintauchen in das geschmolzene Material mit demselben, lässt erstarren, steckt das Thermometer mit einem Kork in ein Reagensglas, erwärmt in einem Becherglas mit Wasser und liest die Temperatur ab, bei der der erste Tropfen abfällt. Offenbar werden die Ergebnisse davon abhängen, wie dick die auf der Thermometerkugel erstarrte Substanzschicht ist.

Finkener schreibt vor, Glasstäbchen von 3 mm Stärke, die unten abgeschliffen sind, 2 mal hintereinander mit einer Pause von 3 Minuten je 1 Sekunde lang 10 mm tief in die auf dem siedenden Wasserbade geschmolzene Masse einzutauchen und nach dem Erstarren so neben einem Thermometer in einem Reagensglas zu befestigen, dass sie gleichweit von der Wandung und dem Thermometer abstehen, und dass ihr unteres Ende mit dem der Thermometerkugel in gleicher Höhe liegt. Auch hierbei beobachtet man den Punkt des abfallenden Tropfens. Ubbelohde hat gezeigt, dass auch hier das Ergebnis von der Schichtdicke abhängt und einen Weg gezeigt, die richtige Schichtdicke festzustellen.

Noch bequemer und im Resultat damit übereinstimmend ist die von Ubbelohde angegebene Methode der Tropfpunktsbestimmung. Bei derselben wird eine oben und unten glatt geschliffene 10 mm hohe, 7 mm weite zylindrische Glashülse, die im Boden ein 3 mm weites Loch hat, mit der zu untersuchenden Substanz durch Hineinstreichen oder Hineindrücken gefüllt und der Überschuss durch Abstreichen oben und unten entfernt. Dann wird die kleine Glashülse mit einer federnden Metallklammer so an das Thermometer befestigt, dass die Thermometerkugel gerade in der Mitte der Glashülse sitzt. Man steckt jetzt das Thermometer in ein 4 cm weites Reagensglas, erhitzt in einem Becherglase mit Wasser und beobachtet die Temperatur, bei welcher der erste Tropfen aus der Bodenöffnung der kleinen Glashülse abfällt.

Dupré hat nun speziell für Bitumina vorgeschlagen, die kleine Glashülse des Ubbelohdeschen Apparates durch einen Metallnippel (ein zylindrisches Blechgefäßchen mit einem Loch am Boden) zu ersetzen. Dasselbe wird durch eine Haltevorrichtung so mit dem Thermometer verbunden, dass das Quecksilbergefäß desselben nicht in der zu untersuchenden Masse, sondern unmittelbar über demselben sich befindet. Die Resultate stimmen natürlich nicht mit denen überein, die man mit dem Ubbelohdeschen Apparat erhält, sind aber unter sich vergleichbar.

W. Fresenius.

Eine Vorrichtung, um Lösungen auf ein bestimmtes Volumen abzudampfen, geben S. P. Plaisance und N. G. Pervier¹⁾ an. Ich begnüge mich mit dem Hinweis auf das Original.

W. Fresenius.

¹⁾ Journ. Americ. Chem. Soc. **39**, 1238 (1917).