

## Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie.

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

Von

W. Schranz.

Ein Atlas zum Gebrauche bei der mikrochemischen Analyse hat A. C. Huysse<sup>1)</sup> bearbeitet, von dem zunächst der anorganische Theil in 27 lithographirten Tafeln vorliegt. Der Verfasser beabsichtigt, soweit dies überhaupt möglich ist, einen Ersatz für eine Sammlung von Dauerpräparaten zu bieten, da die bekannten Lehrbücher über Mikrochemie häufig gar keine und oft nicht genügend deutliche oder idealisirte Abbildungen enthalten.

Um möglichst naturgetreue Abbildungen des mikroskopischen Eindrucks handelt es sich, dabei hat aber der Verfasser nicht die Mikrophotographie herangezogen, weil dieselbe nur einen einzigen optischen Querschnitt scharf abbildet. Die Figuren sind vielmehr alle aus freier Hand gezeichnet. Der sehr exact ausgeführte und gut ausgestattete Atlas setzt beim Gebrauch ein Lehrbuch voraus und enthält daher nur in seltenen Fällen nähere Angaben über die Anstellung der Reactionen. Er schliesst sich in der Anordnung im Wesentlichen dem Behrens'schen Buche<sup>2)</sup> an und dürfte als Ergänzung desselben vielen äusserst werthvoll und willkommen sein.

Ein allgemein anwendbares Verfahren der Dampfdichtebestimmung unter beliebigem Druck beschreiben O. Bleier und L. Kohn<sup>3)</sup>. Die Verfasser messen nicht direct das Volumen, welches der Dampf einer bestimmten Substanzmenge einnimmt, sondern sie ermitteln die Druckzunahme, welche eintritt, wenn in einem mit Gas erfüllten Raume, der eine bestimmte Temperatur hat, eine bestimmte Flüssigkeitsmenge in Dampf verwandelt wird, ohne dass die Temperatur oder das Volumen des Gases + Dampf gegenüber dem Anfangszustand sich ändert. Dieses Princip ist auch von anderen schon mit Erfolg benutzt worden, doch scheiterte die allgemeine Verbreitung der Methode

1) Leiden, Buchhandlung und Buchdruckerei vormals E. J. Brill 1900.

2) Vergl. diese Zeitschrift **30**, 125; **34**, 175.

3) Monatshefte für Chemie **20**, 505, 909.

an der Unbequemlichkeit der Apparate und zum Theil auch an der complicirten Berechnung.

Der Apparat besteht aus einer V. Meyer'schen Birne, deren Fassungsraum etwa doppelt so gross ist als bei dem ursprünglichen Apparat. An das bei letzterem zur Gasableitung dienende Ansatzrohr ist ein mit Quecksilber gefülltes Manometer<sup>1)</sup> angeschlossen.

Das Manometer ist ein zweischenkeliges U-Rohr, dessen Schenkel etwa 50 cm lang sind. Durch einen unteren Ansatz ist das U-Rohr mit einem Niveaugefäss durch Schlauch verbunden. Der eine Schenkel ist oben offen, der andere steht mit dem oben erwähnten Ansatz der Vergasungsbirne in Verbindung, und zwar vermittelt eines L-Rohres, dessen oberes Stück nach dem Manometer, dessen einer Schenkel zur Birne und dessen dritter Schenkel zu einer Luftpumpe führt. Letzterer trägt einen Hahn.

Die anzuwendende Substanzmenge kann zwischen 0,03 und 0,08 g schwanken, sie wird in entsprechenden Gefässchen in einen zweiten etwas schrägen Ansatz am oberen Ende des Halses der Vergasungsbirne gebracht. Dieser Ansatz ist mit einem Kautschukschlauchstückchen verbunden, das seinerseits mit einem Glasstab verschlossen ist. Dann wird der Apparat angeheizt, man evacuirt und schliesst den Verbindungshahn zwischen Birne und Pumpe ab. Nachdem man dies bewerkstelligt hat, wird die Manometerflüssigkeit auf den Nullpunkt eingestellt und die Substanz in den Apparat fallen gelassen, wo sie sofort verdampft. Nach einer Minute stellt man wieder auf den Nullpunkt ein und liest den Stand des Quecksilbers im gegenüber liegenden Schenkel ab. Eine gleiche Ablesung hat an diesem Schenkel bei der ersten Einstellung auf »Null« zu geschehen, die Differenz zwischen beiden Ablesungen ist gleich der Druckzunahme p. Bedeutet q das Substanzgewicht und c eine Constante für die Versuchstemperatur, so ergibt sich das Moleculargewicht m in einfacher Weise aus folgender Gleichung:

$$m = \frac{q}{p} c.$$

c die Constante des Apparates muss für jede anzuwendende Temperatur bestimmt sein und drückt die Druckveränderung aus, welche das Milligramm-Moleculargewicht jeder Substanz, wenn es bei der betreffenden Temperatur vergast wird, in dem Apparat hervorbringt.

<sup>1)</sup> In der zweiten Abhandlung empfehlen die Verfasser die Anwendung eines mit Paraffinöl gefüllten Differentialmanometers unter gleichzeitiger Benutzung einer Quecksilberluftpumpe.