

Chemische Analyse auf gewogenem Filter.

Von

Fr. Rüdorff¹⁾.

Die chemische Analyse auf gewogenem Filter erfreut sich meistens nicht des Zutrauens der Chemiker. In der Regel wird hierbei das Filter auf einem Uhrglase bei einer bestimmten Temperatur getrocknet und dann zwischen 2 aufeinander geschliffenen Uhrgläsern gewogen. Sodann geschieht das Trocknen des Niederschlags mit Filter bei derselben Temperatur und die Wägung zwischen denselben Uhrgläsern. Nach meinen Versuchen wird die Analyse besser in folgender Weise ausgeführt:

Ich bediene mich eines mit Salzsäure oder mit Salz- und Flusssäure ausgewaschenen Filters, wie dieselben von Schleicher & Schüll in den Handel gebracht werden. Ein solches Filter bringe ich in ein cylindrisches Trockengläschen mit eingeschliffener Kappe. Die von mir angewandten Gläser haben bis 75 mm Höhe und 34 mm Durchmesser. Das Glas mit dem Filter setze ich in einen vorher auf die gewünschte Temperatur erwärmten Trockenschrank. Ich bediene mich dazu meist der von Dr. R. Muencke unter meinem Namen in den Handel gebrachten Trockenschränke, bei welchen die Erhitzung mittels 24 aus einem Schlangenhornhervorbrechender Gasflämmchen geschieht. Diese Apparate halten bei den hiesigen Gasdruckverhältnissen die Temperatur bis auf 1° constant, wenigstens während der hellen Tagesstunden. Das Glas mit dem Filter stelle ich in, den Deckel auf den Schrank. Nach 30 Minuten nehme ich das Glas aus dem Schrank und setze sofort den Deckel auf. Das geschlossene Glas bleibt dann 30 Minuten der Abkühlung ohne Anwendung eines Exsiccators überlassen, die letzten 10 Minuten in dem Wagenkasten und dann wird gewogen. Nachdem der Niederschlag abfiltrirt und ausgewaschen ist, wird derselbe auf dem Trichter in einem Trockenschrank bei 100° getrocknet. Sodann wird

das Filter mit dem Niederschlag in das Wiegegias gebracht und etwa 30 Minuten derselben Temperatur wie vorher das Filter ausgesetzt. Das Glas wird aus dem Trockenschrank genommen, sofort mit dem Deckel verschlossen und nach genau 30 Minuten Stehens an der Luft gewogen. Bei Wiederholung der Operation zeigt sich das Gewicht völlig constant.

Die Hauptsache ist, dass man einmal wie allemal genau 30 Minuten, die letzten 10 Minuten im Wagenkasten erkalten lässt und dann das Gewicht bestimmt. Die so erhaltenen Resultate sind sehr zufriedenstellend.

Apparat zur Bestimmung der Löslichkeit der Salze.

Von

Fr. Rüdorff.

Bei der Bestimmung der Löslichkeit der Salze bei verschiedenen Temperaturen liegt die Schwierigkeit vorzugsweise darin, die zur Analyse nöthige Probe der Lösung bei der gewünschten Temperatur zu filtriren. Der folgende kleine Apparat, Fig. 272, hat sich für diesen Zweck bereits seit längerer Zeit bewährt.

Das kleine, bis zur Halsmündung 4 cm hohe und am Boden 2 cm breite Gläschen A, welches durch eingeschliffenen Stöpsel zu verschliessen ist, wird verschlossen durch einen doppelt durchbohrten Kork B, durch dessen eine Durchbohrung ein beiderseits offenes, enges Glasrohr C, durch die andere ein enges Glasrohr geht, welches oberhalb des Korkes etwas erweitert ist. Über diese Erweiterung ist ein Lappchen von Battist gezogen, das durch ein übergestreiftes Gummirohr D festgehalten wird. Der Battist dient als Filter. Der obere Theil des Gummirohres ist durch einen Glasstab E

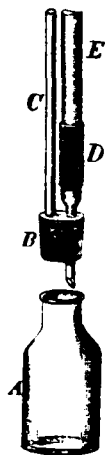


Fig. 272.

¹⁾ Vortrag, gehalten auf der Hauptversammlung in Bremen. Vgl. S. 562 d. Z.

verschlossen, welcher in dem Gummirohr leicht beweglich ist.

Von dem zu untersuchenden Salze wird bei höherer Temperatur eine gesättigte Lösung in einem weiten Reagensglase gemacht. Dieses Reagensglas taucht man sodann in ein Becherglas mit warmem Wasser, welches in einem Sandbade steht und durch eine kleine Flamme erwärmt wird. Die Salzlösung kühlt sich bald auf die Temperatur des Wasserbades ab. Stimmt die Temperatur des Bades mit der der Lösung überein, so hält sich die Temperatur der Lösung hinreichend lange constant. Sodann wird die Lösung mit dem oben beschriebenen Apparat durch Auf- und Abbewegen einige Minuten lang umgerührt und sodann der Glasstab für einen Moment aus dem Gummischlauch gezogen. Sofort fließen einige Tropfen der Lösung, von den ausgeschiedenen Salztheilchen befreit, in das Gläschen. Das Gummirohr wird wieder durch den Glasstab geschlossen, der Apparat aus der Lösung genommen, durch Eintauchen in Wasser von der anhaftenden Lösung befreit, das Wasser durch Fliesspapier abgetrocknet, der Kork entfernt und durch den eingeschliffenen Glasstöpsel ersetzt. Die Temperatur der Lösung wird durch ein mit dem Apparat eingetauchtes Thermometer genau bestimmt. Aus dem Gewicht der erhaltenen Lösung und dem in dieser Lösung enthaltenen Salz lässt sich die Löslichkeit bestimmen.

Das Wasserbad mit dem die Lösung enthaltenen Reagensglas wird durch Verkleinerung der Flamme auf eine niedrigere Temperatur abgekühlt und der Versuch mit einem anderen ähnlichen Apparat wiederholt. Auf diese Weise lassen sich in kurzer Zeit eine hinreichende Anzahl Bestimmungen erhalten, so dass daraus die Löslichkeitscurve construirt werden kann. Die mit dem Apparat für ein und dasselbe Salz zu verschiedenen Zeiten angestellten Versuche stimmen untereinander, sowie auch mit den sonst angegebenen Resultaten sehr gut überein.

Ein Beitrag zur Schiff'schen Farbreaction.

Von

O. F. Müller.

Der Übergang der rothen Farbe einiger mit Fuchsin gefärbter Lacke in's Violette veranlasste mich, die Wirkungsweise einiger Harze und deren Lösungsmittel, sowie einiger anderer Stoffe näher zu untersuchen.

Die als Reagens verwandte Fuchsinlösung war eine 0,025procentige und durch Einleiten von Schwefeldioxyd vollständig entfärbt. Geprüft wurden: Körnerlack, Rubin-, Orange- und gebleichter Schellack, ferner Sandarac, Kopal spritl., ord. amerik. Harz, engl. gebl. Harz, ord. und venet. Terpentin als Lösungen, bez. Emulsionen, in 7procentiger Boraxlösung, indem die festen Harze als feines Pulver mit der Boraxlösung gekocht wurden. Dammar, fein gepulvert, wurde mit Petroleumbenzin im Wasserbade gekocht. Ord. polnisches, feinstes amerik. und officinelles Terpentinöl, dann Ölsäure wurden nur mit dem Reagens tüchtig durchgeschüttelt. Methyl-, Äthyl-, Amylalkohol, Glycerin, ferner Aldehyd und Aceton, alles chemisch rein, wurden nach Verdünnen mit dem gleichen Vol. Wasser und Abkühlen auf 15°, arabisches und Kirschgummi nach dem Quellenlassen mit kaltem Wasser ebenso behandelt. Benzoë wurde in entfärbter Äthylalkohol-Fuchsinlösung und Lanolin in Glycerinemulsion geprüft.

Es reagirten:

Körnerlack	Nach einigen Min. schwach purpurn, ziemlich gleich bleibend.
Rubinschellack	Sofort purpurn, später in Violett bis Blauviolett übergehend.
Orange-Schellack	Sofort purpurn, später in Violett bis Rothstichblau übergehend.
Gebleichter „	Sofort purpurn, später in Blauviolett übergehend.
Sandarac	Sofort purpurn, später intensiver und blautichiger werdend.
Kopal spritl.	Sofort rothviolett, später intensiver und in Violett übergehend.
Dammar	Nach einigen Min. schwach violett, später intensiver werdend.
Benzoë	Nach einigen Min. schwach violett, später intensiver werdend.
Ord. amerik. Harz	Sofort schwach purpurn, später intensiver und in Rothviolett übergehend.
Gelb. engl. „	Sofort purpurn, in Blauviolett übergehend.
Ord. Terpentin	Sofort schwach purpurn, später intensiver und in Rothviolett übergehend.
Venetianer „	Nach einigen Minuten deutlich blauviolett, später intensiver.
Ord. poln. Terpentinöl	Nach 1 bis 2 Min. schwach rothviolett, dann sehr langsam beim Stehen intensiver werdend.
Fein. amerik. „	Nach 1 bis 2 Min. deutlich rothviolett, rasch intensiver und mehr violett werdend.
Offic. „	Nach 1 bis 2 Min. purpurn, rasch in Violett übergehend.