

tionen von Nernst u. a. leisteten darum auch der quantitativen Mikrochemie gute Dienste. Heutzutage ist die mikrochemische Wage von Wilh. H. F. Kuhlmann in Hamburg viel in Gebrauch und nach einiger Übung nicht allzu schwer zu handhaben. Freilich muß man bei Mikrowagen erheblich mehr Rücksicht auf zweckmäßige Aufstellung, Temperatur, Aufenthalt von Personen im Zimmer u. a. nehmen, wie bei den gewöhnlichen analytischen Wagen, und es ist nötig, diese Einflüsse nach der regelrechten Aufstellung der Wage zu prüfen. Bei sachgemäßem Arbeiten ist der Unterschied zweier aufeinander folgender Wägungen nicht größer als 0,002 mg.

Bei den quantitativen Bestimmungen gehen sogenannte Rückstandsbestimmungen (Kristallwasser, Platinbestimmung aus Chloroplatinaten, Bestimmung des Kaliums im Weinstein als Kaliumsulfat u. a.) sehr leicht und rasch. Bei den Fällungsanalysen ist oft die Methode mit dem sogenannten Saugstäbchen<sup>10)</sup> sehr bequem. Man kann es leicht selbst herstellen, indem man ein Glasröhrchen kurz vor seinem Ende verdickt, so sein Lumen verengt und dann das Ende trichterartig erweitert. In diese Erweiterung bringt man erst einen porösen Platinpfropf und dann feinen Goochtiiegelasbest hinein bis er den Niederschlag gut zurückhält. Dann wird er durch Umlegen eines Teils des Glasrandes befestigt. Dieses Saugstäbchen wird zusammen mit einem passenden Mikrobecher aus Glas oder Porzellan erst gewogen und dann eine Fällung von z. B. Silberchlorid darin vorgenommen. Ist die vollendet, so saugt man bei passender Versuchsanordnung erst die Mutterlauge, dann nachgegebenes Waschwasser ab, bis das Fällungsprodukt rein ist. Nun wird getrocknet, und Mikrobecher, Saugstäbchen und Niederschlag werden von neuem gewogen. Die Differenz gibt das Gewicht des Niederschlages. Diese Stäbchenmethode stellt geringere Anforderungen an die Geschicklichkeit des Arbeitenden als andere quantitative Filtrierverfahren und wird besonders im Emichschen Laboratorium weiter ausgebaut.

„Über andere quantitative mikroanalytische Verfahren möge man in Emichs Praktikum nachlesen. Hier sind auch die mikro-maß-analytischen Verfahren beschrieben<sup>11)</sup>. Jedenfalls liegt hier noch ein aussichtsreiches Arbeitsgebiet vor uns.

Aber nicht nur auf unorganischem, sondern auch auf organischem Gebiete haben mikrochemische Methoden große Erleichterungen gebracht und sich gut eingebürgert. Man kann mit einem Kubikmillimeter Flüssigkeit in einer einfachen Capillare genaue Siedepunktsbestimmungen ausführen<sup>12)</sup>. In kleinen, unschwer aus Glasrohr herstellbaren Fraktionierröhrchen<sup>13)</sup>, kann man fraktionierte Destillationen vornehmen. Ebenso ist die Mikrosublimation<sup>14)</sup> schon weitgehend ausgearbeitet und die Molekulargewichtsbestimmung nach K. Rast<sup>15)</sup> oft verwendet. Eine ganze Reihe eleganter und praktischer quantitativer Mikromethoden verdanken wir aber Fritz Pregl und seinen Schülern<sup>16)</sup>.

Am bekanntesten sind seine Methoden zur Mikroelementaranalyse. Man kann danach mit einigen Milligrammen (zur Not genügt auch eines) Substanz je eine Kohlenwasserstoff- oder Stickstoffbestimmung ausführen, wobei man es mit einfachen Apparaten und nicht sehr schwer zu erlernenden Prozessen zu tun hat. Dabei spart man viel Gas und Material und nach der nötigen Übung

auch Zeit. Besonders bequem gestaltet ist die Stickstoffbestimmung nach Dumas (Mikro-Dumas), bei der nur zwei Wägungen auszuführen sind und die in so kurzer Zeit fertig ist, daß man evtl. an einem Tag eine ganze Reihe davon ausführen kann.

Aber auch seine mikroanalytischen Bestimmungen der Halogene, des Schwefels und die besonders von seinem Schüler, Prof. Lieb, ausgearbeiteten quantitativen Bestimmungen des Phosphors und Arsens haben sich als sehr vorteilhaft erwiesen. Pregl hat auch eine Apparatur für Mikroelektroanalyse angegeben und gezeigt, wie man sie bei der quantitativen Bestimmung des Kupfers in Gemüsekonserven anwenden kann. Von seinen Mikrobestimmungen organischer Atomgruppen sind besonders die titrimetrische für Carboxyl, ferner die für Methoxyl, Äthoxyl und von an Stickstoff sitzendem Methyl zu erwähnen. Einen weiteren Fortschritt bedeutet dann die Bestimmung des Molekulargewichts mit kleinen Mengen organischer Substanz nach der Methode der Siedepunkterhöhung. Die Mikrobestimmung des Stickstoffs nach Kjeldahl (Mikro-Kjeldahl) ist jetzt apparativ so vollendet, daß sie im Betrieb teilweise automatisch arbeitet. Sie dürfte den Praktikern große Ersparnisse an Zeit und Material bringen.

Die mikroanalytischen Methoden sind, wie gesagt, noch nicht in die Lehrpläne der Hochschulen aufgenommen worden. Es dürfte sich aber empfehlen, die heranzubildenden Chemiker auch auf sie einzustellen, denn ihnen gehört die Zukunft. [A. 16.]

## „Über Isolieröle.“

(Eingeg. 14. März 1926.)

In der Nr. 9 der Z. ang. Ch. schreibt Dr. Stäger in seinem Bericht über Isolieröle auf Seite 308 bei der Erwähnung der Sitzung der Fachgruppe Brennstoff- und Mineralölchemie über mein Referat folgende Sätze: „In dem einleitenden Referate betonte Baum, daß gerade auf diesem Gebiete in letzter Zeit von verschiedenen Seiten sehr viel gearbeitet wurde. Es sei aber nach seiner Auffassung fraglich, ob sich all die Mühe lohne.“

Aus diesen Sätzen könnte der Schluß gezogen werden, als ob ich überhaupt von der wissenschaftlichen Bearbeitung der Fragen hinsichtlich der Untersuchung von Transformatoren- und Turbinenölen abraten wollte. Ich habe seinerzeit gesagt, daß die vielen Arbeiten, welche sich mit der Klärung der Frage befassen, ob man die Verteerungszahl der genannten Öle mit Natriumsuperoxid, durch die Methode nach Schwarz-Marcusson ohne Sauerstoff, oder nach der sogenannten Schiedsmethode mit Sauerstoff richtig erfaßt, nicht der angewandten Mühe lohne, da Öle mit sehr guten Verteerungszahlen durchaus nicht die Gewähr bieten, daß sie sich auch im Betriebe bewähren. Ich habe dann direkt zur Weiterarbeit, aber auf anderen Wegen, aufgefordert.

Dr. G. Baum, Wattenscheid.

[A. 53.]

## Nochmals die Rolle des Bicarbonats im Trockenlöscher.

Von Dr. C. GENTSCH, Berlin.

(Eingeg. 3. März 1926.)

Meine in Nr. 43, Jahrg. 1925 dieser Zeitschrift unter gleicher Überschrift veröffentlichten Ausführungen finden in Nr. 6, Jahrg. 1926 durch Biesalski eine Besprechung, der ich noch einiges gegenüberstellen möchte:

Die länger als ein halbes Jahrhundert bekannte leichte Zersetzlichkeit des Natriumbicarbonats in der Hitze, wie sie auch in dem verbreiteten Lehrbuch der anorganischen Chemie

<sup>10)</sup> F. Emich, ebenda, S. 63.

<sup>11)</sup> S. 75 ff.

<sup>12)</sup> ebenda, S. 36.

<sup>13)</sup> ebenda, S. 38.

<sup>14)</sup> ebenda, S. 40 ff.

<sup>15)</sup> ebenda, S. 127.

<sup>16)</sup> Die quantitative organische Mikroanalyse, Berlin 1922.