

selbst bis 100 Kubikcentimeter fasst. Da jedoch Büretten von letzterem Inhalt selten mit einem besonderen Ausgussrohr vorkommen, so wählt man für solche möglichst kalibrische Cylindergläser mit Fuss und setzt auf deren Oeffnung einen guten Kork, der in zwei Bohröffnungen Röhren enthält, von denen die eine bis zum Boden reicht und aussen in einem spitzen Winkel nach unten gebogen ist und in eine enge Spitze ausläuft, die andere aber nur eben bis unter den Kork langt und ausserhalb zuerst horizontal, dann rechtwinkelig abwärts und nochmals horizontal so gebogen ist, dass dieser Theil die Höhe der Spitze in der anderen Röhre hat.

Bei denjenigen Büretten, die mit einem angeschmolzenen Ausgussrohr versehen sind, muss man beim Füllen und Ablesen dahin operiren, dass das Niveau in der engen Röhre, welche mitunter ganz gefüllt bleibt, so viel als möglich dem der weiteren Röhre genähert wird. Bei den grösseren zusammengesetzten Büretten zieht man die Titreflüssigkeit, sobald sie nicht mehr abfliessen soll, durch Ansaugen an der dreimal gebogenen Röhre zurück und hebt die andere Röhre über die Flüssigkeit herauf, worauf man die verbrauchte Quantität abliest.

Ein anderes sehr wichtiges Messinstrument bei derartigen Analysen ist die Pipette, welche aus einer glatten oder auch am unteren Theil kugel- oder birnförmig erweiterten Gasröhre mit verengerter Spitze und ebenem Oeffnungsrand besteht und mit einer den Inhalt bis dahin bezeichnenden Marke versehen ist. Sie dient dazu, gewisse Maasse von Flüssigkeit auszuheben und nach einem anderen Gefäss zu transportiren.

Allgemeine Regeln bei der Anstellung chemischer Untersuchungen.

Bei der Anstellung chemischer Untersuchungen (und anderer Arbeiten) sind folgende Angaben zu berücksichtigen, wenn genaue zuverlässige Resultate erzielt werden sollen.

1) Die Reinheit der Reagentien, sie mögen Fällungs- oder Lösungsmittel sein, ist schon von vornherein in dieser Abtheilung als ein Hauptforderniss aufgestellt worden und hier nur noch zu bemerken, dass in allen Fällen, wo Wasser als Lösungsmittel oder zum Auswaschen angewendet wird, selbst wenn bei den späteren Angaben dieses nicht besonders hervorgehoben worden ist, das vollkommen reine destillirte Wasser angewendet werden muss.

2) Die Quantität des zu untersuchenden Körpers darf nicht zu gross sein und nur 50 bis höchstens 100 Gran desselben im

festen Zustand verwendet werden, weil grössere Quantitäten, ganz abgesehen von dem Aufwand an Reagentien, in Folge des Auswaschens der Niederschläge eine weit längere Zeit in Anspruch nehmen, ohne genauere Resultate zu gewähren. Flüssigkeiten, die nach der Quantität ihrer bereits vorhandenen festen Stoffe untersucht werden sollen, kommen je nach der Menge derselben in grösseren Massen in Anwendung und für die Bestimmung eines Körpers, der in einem festen Material nur in äusserst geringer Menge vorkommt, wird eine verhältnissmässig grössere Quantität des letzteren, aber eben nur für die Einzelbestimmung jenes Körpers in Arbeit genommen.

3) Die Art der Zertheilung des Körpers richtet sich nach der Art, in welcher er sich für die Untersuchung schicklich machen lässt. Diejenigen Körper, die sich in Wasser lösen und die meisten derjenigen, die durch Säuren zu lösen sind, brauchen nur grobpulverig zu sein, jedoch beschleunigt eine feine Zertheilung ihre Lösung ungemein. Diejenigen Körper aber, die nur durch Schmelzen mit kohlen-sauren Alkalien oder salpetersaurem Baryt in einen lösbaren Zustand übergeführt werden können, müssen in den feinsten Staub verwandelt werden und hierzu darf weder Zeit noch Mühe gespart werden, weil sich dieselben bei sonst gehörig ausgeführter Arbeit durch das Gelingen des Versuches mehr als ausgleichen und eine zweite neue Arbeit unnöthig machen.

4) Der Trockenheitszustand der in Untersuchung genommenen Körper und der daraus abgeschiedenen Stoffe, welcher in der Regel bei 100° angenommen wird, d. h. der Körper wird seiner Quantität nach nur dann bestimmt, wenn er längere Zeit dem Siedpunkt des Wassers (auf einer Porzellanschale im kochenden Dampfbad) keinen weiteren Gewichtsverlust erleidet. Nur bei denjenigen Körpern, welche kein chemisch gebundenes Wasser enthalten oder nach ihrer Abscheidung kein solches enthalten sollen, wird zur Entfernung des hygroskopischen oder hydratischen Wassers eine höhere Temperatur angewendet, wobei man aber bei den abgeschiedenen Stoffen dahin zu achten hat, dass sie durch entweichenden Wasserdampf Staubtheilchen verlieren können, also in geringeren Massen resultiren würden, wenn gleich von vornherein eine zu starke Erhitzung statt fände; diese ist vielmehr nur sehr stetig bis zu dem Punkt zu steigern, wo alles Wasser ausgetrieben ist. Diejenigen wasserfreien Körper, welche bei hoher Temperatur Sauerstoff abgeben oder beim Zutritt der Luft Sauerstoff aufnehmen würden, dürfen für das Trocknen nicht bis zu diesem Punkt erhitzt werden. Mit den Verhältnissen des Austrocknens fällt

5) die Art des Wägens zusammen. Für Uebungsarbeiten

der quantitativen Analyse ist es hinreichend, eine Wage zu gebrauchen, die bei einer Belastung von 200 bis 500 Gran noch wenigstens für $\frac{1}{20}$ Gran einen Ausschlag giebt. Auch eine derartige Wage muss unter einem dichten Glaskasten stehen, damit ihre Stahltheile nicht durch Einfluss saurer Dämpfe corrodirt und weniger empfindlich werden. Nach jedesmaligem Gebrauch ist die Wage wieder in Ruhe zu setzen, d. h. der Hebel, an welchem dieselbe aufgehängt ist, so weit niederzulassen, dass die Schalen auf der Unterlage ruhen. Ein längeres einseitiges Belasten ohne Stützpunkt ist durchaus unzulässig, weil dadurch der Schwerpunkt der Wage und somit deren Genauigkeit am meisten leidet. Die Gewichte für diese Wage müssen so genau gearbeitet sein, dass sie unter einander entsprechen, d. h. ein 100 Gran Stück zum Beispiel darf nicht schwerer oder leichter sein, als die kleineren Gewichtstücke bis zu 100 Gran zusammen u. s. w. — Beim Abwiegen selbst bringt man die Körper auf ein abtarirtes Uhrglas oder eine leichte Porzellanschale, welche für das Wasserbad passend ist, um hierauf in ihr die Körper auszutrocknen. Körper, die zu glühen sind, werden in dem abtarirten Glühgefäss gewogen. Das Gewicht der Körper wird nicht eher als richtig angenommen, bis dieselben nach dem wiederholten Aufsetzen ins Dampfbad (und Abtrocknen der äusseren Fläche des Gefässes, in welchem der Körper befindlich ist) oder nach wiederholtem Glühen ein gleiches Gewicht behalten, wobei noch zu beachten ist, dass die Glühgefässe stets äusserlich frei von Russ sind. Die Gefässe mit den erhitzten Körpern dürfen nicht heiss, noch weniger glühend, auf die Wagschale gesetzt werden, weil theils die an ihnen aufströmende Wärme einen Einfluss auf das Gesamtgewicht ausübt, theils aber und besonders durch die aufsteigende Wärme der betroffene Theil des Wagbalkens ausgedehnt und dadurch ein grösseres Gewicht gefunden wird. Nur mässig warm noch sind die Körper dem Gewicht nach zu bestimmen.

6) Die Behandlung der Niederschläge erfordert viel Aufmerksamkeit, wenn Zeit erspart und ein genaues Resultat erzielt werden soll. In keinem Fall darf man die gebildeten Niederschläge sofort nach ihrer Bildung von der Flüssigkeit durch Filtriren zu trennen suchen, weil sie sich dann an das Papier so fest anlegen, dass das Filtriren sehr verlangsamt, wenn nicht gar ganz unmöglich gemacht wird. Man lässt vielmehr die trübe Flüssigkeit in dem bedeckten, in manchen Fällen sogar dicht verschlossenen Gefäss so lange stehen, bis sie sich vollkommen abgesetzt hat. Mitunter will sich die Flüssigkeit gar nicht oder nur unvollständig klären; in solchen Fällen hilft man entweder durch Erhitzen des trüben Gemisches und Erkalten in der Ruhe oder durch eine

zitternde Bewegung des Gefässes, indem man dasselbe auf der Tischplatte hin und her so dreht, dass es sich fibrind bewegt oder auch an seinem Rand mit dem Geigenbogen auf und niederzieht, bis ein Klang eintritt, der eine fibrindende Bewegung der Flüssigkeit zur Folge hat. Führen auch diese Operationen nicht zum Ziel, so versucht man es mit einem geringen Zusatz von pulverigem Salmiak oder Kochsalz, wenn diese Stoffe nicht auf den Gang der Untersuchung störend wirken; durch diese Stoffe wird nicht selten die Abscheidung geringer Quantitäten schwefelsauren Baryts allein ermöglicht. Hilft keiner dieser Wege und Mittel, so muss man die trübe Flüssigkeit in einem bedeckten Gefäss so lange an einem mässig warmen Ort stehen lassen, bis mit der Zeit, oft erst nach Tagen oder Wochen, die Klärung stattgefunden hat. Die in dem einen oder anderen Fall hell gewordene Flüssigkeit wird nun durch vorsichtiges Neigen des Gefässes möglichst vollständig, aber durchaus ungetrübt von dem gebildeten Bodensatz abgossen und dieser auf das mit derselben reinen Flüssigkeit, die als Lösungsmittel verwendet wurde, gleichmässig genässte Filter vollständig gebracht. Hat der Niederschlag sich theilweise festgesetzt und ist er nicht durch Spülen und Schwenken mit der Waschflüssigkeit ablösbar, so wird er mit der kurzgeschnittenen Fahne eines Federkieses abgerieben und diese selbst durch mehrmaliges Spülen von den anhängenden Theilen befreit. Ist der Niederschlag für den Gang der Untersuchung zu bestimmen, so wählt man ein glattes Filter, ist es hingegen Abfall, d. h. nicht zu bestimmen und nur das Filtrat weiter zu bearbeiten, ein mehrfaltiges Filter (vergl. S. 24), weil auf letzterem das Filtriren rascher von Statten geht. In jedem Fall muss der Niederschlag vollständig ausgewaschen und diese Operation ununterbrochen fortgesetzt werden, damit er nicht antrocknet, wodurch das Auswaschen sehr verlangsamt, zum Theil unmöglich gemacht wird. Muss das Auswaschen unterbrochen werden, so setzt man den Trichter mit dem Filter und bedeckt tief in die Flüssigkeit ein, die zum Auswaschen dient und verwendet dieselbe beim Wiederbeginn des Aussüssens als Waschflüssigkeit. Das Auswaschen selbst ist beendet, wenn ein Tropfen des Filtrates auf einem Uhrglas an einem warmen Ort gestellt vollständig verdunstet. Ist der Inhalt des Filters der Gegenstand der Bestimmung, so ist es — abgesehen von dem unter 7 Gesagten — zweckmässig, jenen mittels der Spritzflasche schliesslich von der oberen Filterwand abzulösen und nach der Spitze zu treiben, wo er dann nach dem Trocknen sich leichter vollständig abnehmen lässt.

7) In Betracht der Papierfilter hat man solche aus einem Papier zu machen, das beim Verbrennen die geringste Quantität

Asche giebt, damit für solche Fälle, wo das Ablösen des Niederschlags nicht vollständig bewerkstelligt werden kann und derselbe erst nach dem Glühen bestimmt wird, möglichst wenig Asche ins Spiel kommt, deren Quantität zur Sicherstellung des Resultates auch dadurch bestimmt und von dem Gewicht des geglühten Niederschlags abgezogen werden kann, dass man ein dem zu verbrennenden Filter gleich grosses Stück desselben Filtrirpapiers für sich vollkommen einäschert und wiegt. Wird das Filter mit geglüht, so muss man zuvor seinen Inhalt möglichst ablösen und bei steigender Wärme erhitzen und zuletzt das Filter selbst auf den Tiegelinhalt geben und so lange weiter glühen, bis durchaus nichts Kohliges mehr bemerkbar ist. — Wenn hingegen das Trocknen der Niederschläge nur bei 100 bis 120° auszuführen ist, so bringt man den Niederschlag nebst dem Filter und ein diesem gleich grosses Stück desselben Bogens Filtrirpapiers auf den Trockenraum und bei der Bestimmung des Gewichtes dieses letztere auf die Schale der Wage, wo das Gewicht aufgelegt wird, wo dann das Plus der Gewichtsmasse, welches zur Ausgleichung der anderen Schale, auf welcher das Filter mit dem Inhalt befindlich ist, das Gewicht des Inhaltes ausdrückt.

8) Die Art der Gefässe, die für qualitative und quantitative Untersuchung zu wählen sind, richtet sich nach der physischen und chemischen Natur des zu prüfenden Körpers und der Lösungsmittel. Zur Zerkleinerung wählt man je nach der geringeren oder grösseren Cohäsion Mörser von Glas, Porzellan, Stahl und Achat oder Chalcedon und zum Lösen Gefässe von Glas, welches an das Lösungsmittel weder Kieselerde noch eine Base abgiebt. Zum Eindampfen alkalischer Flüssigkeiten dürfen keine Porzellangefässe genommen werden, da deren Glasur Kieselerde abgeben würde und man muss desshalb, da auch Glasgefässe nicht gänzlich in der Wärme dem Einfluss der Alkalien widerstehen, solche von Silber oder Platin wählen. Auch die Glühgefässe müssen je nach der chemischen Natur des zu glühenden Körpers in Anwendung kommen; die meisten Salze und Oxyde lassen sich ohne Störung des Resultates in Tiegeln von Porzellan glühen, eben so das Aufschliessen der Körper durch Schwefelsäure oder saures schwefelsaures Kali in solchen Gefässen vornehmen, während das mit kohlen-sauren Alkalien oder salpetersaurem Baryt in Platintiegeln ausgeführt werden muss.

9) Die zum Trocknen und Glühen nöthige Hitze wird durch verbrennende Holzkohlen in passenden Oefen oder durch die Weingeistflamme in den verschiedenartigen Lampenvorrichtungen erregt.