

ammoniumphosphat dürfen nicht in Platingefässen geglüht oder geschmolzen werden, weil diese Stoffe das Platin mehr oder weniger zerstören. Diese Substanzen glüht man in Porcellantiegeln, Aetzalkalien aber in Silbertiegeln. — Platingefässe werden durch Abreiben mit feinstem Seesand oder in der Weise gereinigt, dass man wenig Kaliumbisulfat  $SO_4 KH$  in denselben schmilzt.

## I.

## Allgemeiner Theil.

Die quantitative Analyse hat zur Aufgabe, die Menge der ihrer Art nach bekannten einzelnen Bestandtheile eines zusammengesetzten Körpers zu ermitteln. — Sie zerfällt in die Gewichtsanalyse und Maassanalyse, welche letztere auch Titriranalyse genannt wird. Bei den gewichtsanalytischen Bestimmungen führt man fast immer die ihrer Art nach bekannten Bestandtheile eines zusammengesetzten Körpers in solche Verbindungsformen über, welche in einem bestimmten Lösungsmittel unlöslich sind und demnach in Form von Niederschlägen erhalten werden. Salzsäure wird z. B. immer als Silberchlorid, Schwefelsäure als Baryumsulfat ausgefällt und gewogen, weil diese Verbindungsformen der beiden Säuren in Wasser und verdünnten Säuren unlöslich sind und daher genaue Wägungen zulassen.

Die Maassanalyse beruht auf einem ganz anderen Princip als die Gewichtsanalyse. Hierbei findet man die Menge eines Körpers mit Hilfe einer Lösung von bestimmtem Gehalt, deren Wirkungswerth man somit genau kennt. Die betreffenden „Normallösungen“ oder „titrirten Lösungen“ lässt man aus einem Maassgefäss, einer sog. Bürette, zu der Lösung der Substanz, welche man bestimmen will, so lange zufließen, bis eine bestimmte Endreaction eintritt. Häufig muss noch ein Indicator, d. h. eine Substanz zugesetzt werden, welche die Endreaction anzeigt.

## Die Waage.

Das Ergebniss einer quantitativen Bestimmung ist nicht nur von der genauen Ausführung der chemischen Operationen abhängig, sondern auch von der Richtigkeit und Empfindlichkeit der analy-

tischen Waage und der Gewichte, welche man benützt. — Hinsichtlich der Construction und Theorie der Waage verweise ich auf die ausführlichen Lehr- und Handbücher der Physik und analytischen Chemie. — Hier mögen nur die folgenden kurzen Angaben Platz finden. Der wesentlichste Theil der Waage ist der Waagebalken: ein zweiarmiger und zwar gleicharmiger Hebel, welcher mit einer Schneide aus Stahl auf einer horizontalen Unterlage ruht. Die Waagschalen sind an zwei Endschnitten des Waagebalkens aufgehängt. Die Richtigkeit einer Waage hängt besonders von den folgenden Umständen ab:

1. Die Aufhängepunkte der Waagschalen müssen mit der mittleren Drehungsaxe in einer Ebene liegen.
2. Die Arme der Waage müssen gleich lang, d. h. die Aufhängepunkte der Schalen müssen von der mittleren Drehungsaxe gleich weit entfernt sein. Ist diese Entfernung nicht gleich, so wirkt ja, wenn man beide Schalen mit zwei gleichen Gewichten belastet, das eine Gewicht an einem längeren Hebelarm; es wird folglich die Waage nicht einstehen, sondern nach der Seite des längeren Hebelarms einen Ausschlag geben.

Die Empfindlichkeit der Waage ist durch folgende Umstände bedingt:

1. Die Länge des Waagebalkens muss möglichst gross sein; je länger der Waagebalken, desto empfindlicher ist die Waage.
2. Der Schwerpunkt der Waage muss dem Unterstützungspunkte möglichst nahe liegen.
3. Das Gewicht des Waagebalkens muss bei genügender Festigkeit möglichst klein sein; bei gleicher bewegender Kraft wird eine geringere Masse leichter bewegt, als eine grössere.
4. Die Reibung der Schnitten des Waagebalkens auf ihrer Unterlage (Pfannen) muss möglichst gering sein; die Reibung ist durch das Material, aus dem dieselben hergestellt sind, bedingt. Die Schnitten müssen aus gutem Stahl bestehen und als Pfannen dienen am besten Achatunterlagen.

Befindet sich die Waage bei gleicher Belastung der beiden Schalen im Gleichgewicht, und bringt man auf die eine Schale ein Uebergewicht, so dreht sich der Waagebalken nach der Seite des Uebergewichtes. Der Winkel, um welchen sich der Waagebalken

hierbei gedreht hat, heisst der Ausschlagswinkel. Die Grösse des Ausschlagswinkels ist ein Maass für die Empfindlichkeit der Waage; je grösser der Ausschlagswinkel für ein gleiches Uebergewicht ist, desto empfindlicher ist die Waage.

Ableitung der Formel  $\operatorname{tg} a = \frac{p \cdot l}{q \cdot d}$  nach E. JOCHMANN<sup>1</sup>.

Es soll bezeichnen:  $l$  die halbe Länge des Waagebalkens,  $d$  die Entfernung des Schwerpunktes  $S$  vom Umdrehungspunkt  $C$ ,  $P$  die auf beiden Seiten der Waage gleiche Belastung, einschliesslich des Gewichts der Waagschalen,  $p$  das auf die eine Seite hinzugefügte Uebergewicht und  $q$  das Gewicht des Waagebalkens; ferner sind  $A'D$ ,  $B'E$ ,  $S'F$  die betreffenden Lote von  $A'$ ,  $B'$  und  $S'$  auf  $AB$ .

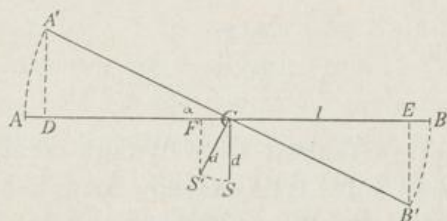


Fig. I.

Auf den um  $C$  drehbaren Waagebalken (Fig. 1) wirken verschiedene Kräfte, deren Angriffspunkte und Richtungen mit  $C$  in einer Ebene liegen. Zum Gleichgewicht ist dann erforderlich, dass die Summe der statischen Momente der Kräfte, welche den Körper (Waagebalken) in dem einen Sinne zu drehen streben, gleich sei der Summe der statischen Momente der im entgegengesetzten Sinne wirkenden Kräfte. Auf der einen Seite wirken aber die statischen Momente  $P \cdot CE + p \cdot CE$ , auf der anderen Seite im entgegengesetzten Sinne  $P \cdot CD + q \cdot CF$ . Das Gleichgewicht des Waagebalkens ist erreicht, wenn somit die folgende Bedingung erfüllt ist:

$$\text{I. } (P + p) CE = P \cdot CD + q CF;$$

da  $CD = CE$ , so vereinfacht sich diese Gleichung zu

$$\text{II. } p \cdot CE = q \cdot CF.$$

Es ist ferner:  $CE = l \cdot \cos a$  und  $CF = d \cdot \sin a$ ; führt man diese Werthe in II ein, so folgt

$$\text{III. } p \cdot l \cos a = q \cdot d \cdot \sin a. \quad \frac{\sin a}{\cos a} = \operatorname{tg} a = \frac{p \cdot l}{q \cdot d}.$$

<sup>1</sup> Grundriss der Experimentalphysik.

Ist  $\sphericalangle a$  klein, so kann für  $\text{tg } a = a$  d. h. der Winkel selbst gesetzt werden, wenn dieser in Bogenmaass ausgedrückt ist; dann ist auch der Ausdruck  $a = \frac{p \cdot l}{q \cdot d}$  gültig, der in Worten lautet: Bei gleichem Uebergewicht  $p$  ist der Ausschlagswinkel  $a$  umso grösser, je grösser die Länge des Waagebalkens  $l$ , je kleiner sein Gewicht  $q$  und je kleiner die Entfernung  $d$  des Schwerpunktes  $S$  vom Unterstützungspunkt  $C$  ist.

Die Empfindlichkeit  $a'$  der Waage, d. h. der Ausschlag für das Uebergewicht 1) ist:  $a' = \frac{a}{p}$ ; führt man in dieser Gleichung für  $a$  den Werth  $\frac{l \cdot p}{q \cdot d}$  ein, so folgt

$$a' = \frac{\frac{l \cdot p}{q \cdot d}}{p} = \frac{l}{q \cdot d},$$

d. h.: Die Empfindlichkeit einer Waage ist direct proportional der Länge  $l$  der Balkenarme, umgekehrt proportional dem Gewicht  $q$  des Waagebalkens und der Entfernung  $d$  des Schwerpunktes des Waagebalkens vom Unterstützungspunkte  $C$ . Die Empfindlichkeit ist somit unabhängig von der Belastung und dem Uebergewicht.

### Das Wägen.

Beim Wägen einer Substanz auf der analytischen Waage müssen besonders folgende Regeln befolgt werden:

1. Eine Substanz, deren Gewicht man bestimmen will, darf nie unmittelbar auf die Waage gelegt werden; man tarirt zunächst ein kleines Becherglas<sup>1</sup>, eine Uhrschaale, ein Wägegöläschen u. dgl., bringt dann die Substanz in das betreffende gewogene Gefäss und wägt wiederum; durch Subtractionsrechnung erfährt man alsdann das Gewicht der Substanz. Um Verwechslungen und Rechnungsfehler hierbei möglichst auszuschliessen, empfiehlt es sich das folgende Schema anzuschreiben:

<sup>1</sup> Ist das Becherglas, in dem man die betreffende Fällung ausführen will, nicht zu gross oder zu schwer, so kann die Substanz direct in demselben abgewogen werden.

$$\begin{array}{r}
 \text{Gewicht von Uhrschaale} + \text{Substanz} = \\
 - \text{Gewicht der Uhrschaale} \quad \quad \quad = \\
 \hline
 \text{Gewicht der Substanz} =
 \end{array}$$

2. Substanzen, welche luftbeständig sind, können auf offener Uhrschaale gewogen werden. Stoffe aber, welche Feuchtigkeit aus der Luft anziehen oder durch die Kohlensäure, bezw. den Sauerstoff der Luft zersetzt werden, müssen in einem verschlossenen Gefässe abgewogen werden, entweder zwischen zwei Uhrgläser, um welche der Halter gelegt wird, oder in einem verschliessbaren Wägegläschen. Ebenso wägt man Flüssigkeiten stets in Fläschchen ab, welche man mit einem Glasstopfen verschliessen kann.
3. Will man beim Wägen rasch zum Ziele kommen, so darf man nicht etwa mit den Gewichten auf's Geradewohl herumprobiren, bald ein grosses, bald ein kleines Gewicht auf die Waagschale legen, sondern man muss in streng systematischer Reihenfolge die Gewichte dem Gewichtssatze entnehmen. Man legt zunächst ein dem Gewicht des zu wägenden Körpers etwa entsprechendes Gewicht auf die Waagschale; ist dieses zu schwer, so nimmt man es weg, legt das nächst kleinere Gewicht vom Gewichtssatze darauf und fährt in dieser Weise fort, bis das Gleichgewicht erreicht ist. Ein Uhrglas möge 7,355 g wiegen; 10 g auf die Waagschale gelegt, sind zu viel, das folgende Gewicht im Satze, nämlich 5 g ist zu wenig; man legt die folgende Grösse 2 g dazu; ist noch zu wenig; fügt jetzt das folgende 1 g Gewicht dazu; zu viel. Man nimmt dieses weg und beginnt mit den Decigrammgewichten. 0,5 g zu viel, 0,2 g zu wenig, 0,3 g zu wenig, 0,4 g zu viel; man beginnt mit den Centigrammgewichten; 0,05 g zu wenig, 0,07 g zu viel, 0,006 g zu viel; statt jetzt die Milligrammgewichte aufzulegen, bedient man sich zweckmässig des „Centigrammhäckchens“, welches man auf dem Waagebalken, der eine Scala trägt, verschiebt und findet dann, dass es auf dem Theilstriche 5, entsprechend 0,005 g, Gleichgewicht hervorbringt.
4. Die Waage muss stets vollständig arretirt sein, ehe man ein Gewicht auf die Waagschale legt oder davon wegnimmt;

auch beim Verschieben des Centigrammhäckchens, des sog. „Reiters“ der Waage, muss eine Arretirung der Waage vorangehen. Befolgt man diese Regeln nicht, so wird die Waage in kurzer Zeit verdorben sein und besonders die Empfindlichkeit derselben wird abnehmen.

5. Dem Ablesen und Anschreiben der Gewichte muss die grösste Aufmerksamkeit geschenkt werden. Um jeden Wägungsfehler zu vermeiden, legt man die gleichartigen kleinen Gewichte, also die Decigramm- und die Centigrammgewichte für sich auf der Waagschale zusammen und macht eine doppelte Ablesung. Zunächst notirt man das Gewicht nach den leeren Plätzen (den Lücken) im Gewichtssatze, nimmt dann die Gewichte von der Waage weg und vergleicht dieselben mit den angeschriebenen Ziffern. Auf diese Weise controlirt man sich selbst, so dass ein Wägungsfehler fast ausgeschlossen ist.
6. Ein noch warmes Gefäss darf niemals auf die Waage gebracht werden, weil es sonst zu leicht wiegt. Heisse Tiegel, Wäggläschen, sowie Uhrgläser mit Niederschlägen, die bei  $100^{\circ}$  getrocknet wurden, lässt man im Exsiccator vorher vollständig erkalten, ehe man dieselben auf die Waage bringt. Jeder Körper verdichtet nämlich auf seiner Oberfläche Luft und Feuchtigkeit, deren Menge besonders von der Temperatur des Körpers abhängig ist; ein kalter Körper verdichtet auf sich mehr Luft und Feuchtigkeit, als ein warmer. Hat man daher ein Gefäss, z. B. einen Tiegel anfangs für sich kalt, dann aber mit Substanz warm gewogen und bringt man die Differenz zwischen den beiden Wägungen als Gewicht der Substanz in Rechnung, so bekommt man dasselbe zu klein, weil man für den Tiegel zu viel abgezogen hat. — Die zweite Ursache ist die, dass an einem warmen Körper die umgebende Luft erwärmt, dadurch aber leichter wird und somit aufsteigt. Indem nun die kalte Luft nachdringt, entsteht ein Luftstrom, welcher die Waagschale hebt und demnach leichter erscheinen lässt, als sie in Wirklichkeit ist.
7. Ehe man einen zu wägenden Körper auf die Waage bringt, hat man sich davon zu überzeugen, dass dieselbe noch richtig schwingt. Zeigt die Waage hierbei einen kleinen „Ausschlag“

- nach links oder rechts, so stört dies die Wägung nicht, nur darf dieser Ausschlag nicht zu gross sein und muss auch gleich gross bleiben bei allen Wägungen, die sich auf ein und dieselbe Bestimmung beziehen.
8. Den zu wägenden Körper legt man auf die linke, die Gewichte auf die rechte Waagschale, vom Sitzenden aus betrachtet, und zwar bringt man die Gewichte mit der rechten Hand durch die seitlich angebrachte kleinere Thüre auf die Waagschale, während die linke Hand die Arretirung der Waage besorgt. Bringt man, wie dies häufig zu geschehen pflegt, die Gewichte durch die vordere Thüre auf die Waagschale, so dringt schon durch das Athmen der betreffenden Person, welche wägt, leicht zuviel Feuchtigkeit in das Innere der Waage, was aber zu vermeiden ist.
  9. Anzuwendende Substanzmenge. Bei den einfachen Bestimmungen wägt man 0,3 bis 0,6 g Substanz ab, vorausgesetzt dass der zu bestimmende Körper in nicht zu geringer Menge in der Substanz enthalten ist. Hat man zwei, drei oder noch mehr Bestandtheile in einer Portion Substanz zu bestimmen, so nimmt man 1 bis 1,5 g Substanz in Arbeit. Dies ist meist der Fall bei der Analyse von Legirungen und Mineralien.

#### Die Herstellung der Niederschläge.

Die meisten Fällungen führt man in geräumigen Bechergläsern aus, welche höchstens bis zur Hälfte mit Flüssigkeit gefüllt sein sollen; man nimmt desshalb Bechergläser, weil sich aus denselben die Niederschläge am besten vollständig herauspülen lassen. — Bei allen Bestimmungen muss darauf geachtet werden, dass die betreffende Fällung eine vollständige ist! Man muss sich durch einen Controlversuch mit einer Probe des Filtrates vom Niederschlag davon überzeugen, dass eine genügende Menge vom Fällungsmittel zugesetzt worden ist. Einen Ueberschuss vom Fällungsmittel hat man demnach stets anzuwenden, doch darf derselbe nicht zu gross sein, besonders nicht bei den Fällungen mit Kali-, Natronlauge und Alkalicarbonat; denn gerade diese Stoffe, wie überhaupt Alkalisalze, werden von vielen Niederschlägen, wie von  $CuO$ ,  $Ni(OH)_2$ ,  $Cr_2(OH)_6$ ,  $[CO_3Zn, Zn(OH)_2]$ ,

$CO_2 Cd$ ,  $CO_2 Mn$  etc. hartnäckig zurückgehalten, so dass sich dieselben auch durch Auskochen mit viel Wasser nur schwer vollständig entfernen lassen. — Viele Niederschläge können nicht sofort, sondern erst nach mehrstündigem Stehen abfiltrirt werden; dies ist besonders bei krystallinischen, pulverigen oder gallertigen Niederschlägen der Fall, während flockige Niederschläge, zumal wenn sie aus kochend heisser Lösung gefällt wurden, meist sofort abfiltrirt werden können. Es gelte im Allgemeinen als Regel: die Niederschläge erst dann abzufiltriren, wenn sie sich in der Flüssigkeit fast völlig abgesetzt haben.

#### Das Filtriren und Auswaschen der Niederschläge.

Bei quantitativen Bestimmungen müssen stets Filter von bekanntem Aschengehalt angewendet werden, bezw. ist dieser erst zu bestimmen, indem man 6 bis 10 Filter an einem Platindraht nach einander verbrennt, die Asche in einem gewogenen Platintiegel glüht und wägt. Beträgt das Gewicht von einem Filter weniger als 1 Milligramm (0,001 g), so kann es bei der Berechnung der Niederschläge meist vernachlässigt werden.

Um jeden Verlust an Niederschlag zu vermeiden, giesst man die abzufiltrirende Flüssigkeit an einem Glasstabe herunter und bestreicht den unteren Rand des Becherglases an der Stelle, an welcher man die Flüssigkeit ausgiessen will, mit einer dünnen Schicht Fett (Talg).

Viele Niederschläge, besonders solche, welche leicht trübe durch's Filter gehen, werden nicht auf dem Filter, sondern besser im Becherglas durch „Decantiren“ ausgewaschen; man lässt dann den Niederschlag absitzen, giesst die fast klare, über dem Niederschlag stehende Flüssigkeit durch ein Filter, rührt diesen mit Wasser an, lässt wiederum absitzen, giesst abermals durch's Filter klar ab und wiederholt diese Operation so oft, bis der Niederschlag ausgewaschen ist; erst dann spült man ihn ohne Verlust auf das Filter. — Wenn es zulässig ist, filtrirt man Niederschläge, welche in der Siedehitze hergestellt wurden, vor dem Erkalten ab; denn heisse Flüssigkeiten filtriren in der Regel rascher, als kalte. — Von vielen, besonders krystallinischen Niederschlägen, bleiben häufig geringe Mengen an der Wandung des Becherglases fest haften; dieselben können mit Hülfe eines Glasstabes, der eine Gummikappe



trägt, oder besser mit einer sogenannten Federfahne meist leicht und vollständig losgelöst werden.

Um die, manchmal sehr zeitraubende Operation des Filtrirens zu beschleunigen, empfiehlt es sich in vielen Fällen, den Niederschlag abzusaugen. Von den vielen Saugvorrichtungen, welche construirt worden sind, kann ich besonders die Wasserstrahl-luftpumpe bestens empfehlen. Wem eine derartige Saugpumpe nicht zur Verfügung steht, der kann sich einer geeigneten Saugröhre (Fig. 2) bedienen; auch in diesem Fall muss das Filter dem Trichter glatt anliegen, so dass sich zwischen Trichter und Filter keine Luftblasen zeigen. Die Filtration erfolgt meist wesentlich rascher, als ohne Anwendung einer solchen Saugröhre. Baryumsulfat, Calciumoxalat, Zinksulfid, Mangansulfür und andere Niederschläge, welche leicht durch's Filter gehen, können nicht abgesaugt werden.

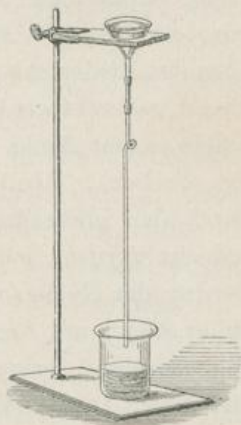


Fig. 2.

Bevor man einen Niederschlag zum Austrocknen in das Luftbad (Trockenschrank) bringt, hat man sich davon zu überzeugen, dass derselbe auch vollständig ausgewaschen ist! Im Allgemeinen gilt als Regel, dass ein Niederschlag so lange ausgewaschen werden muss, bis man im Waschwasser das verwendete Fällungsmittel nicht mehr nachweisen kann; z. B. bei der Bestimmung der Schwefelsäure als Baryumsulfat darf das abtropfende Waschwasser keine Baryumreaction mehr geben.

#### Das Trocknen und Glühen der Niederschläge.

Die meisten der hergestellten und ausgewaschenen Niederschläge müssen zuerst getrocknet und hierauf bis zum constanten Gewicht geglüht werden. Um den Niederschlag auszutrocknen, legt man ein gefaltetes Papier um den Trichter, auf dem sich der Niederschlag befindet, und stellt ihn 1—2 Stunden lang in den Trockenschrank, d. h. so lange bis Filter und Niederschlag vollkommen trocken sind. Das Filter ist alsdann zu veraschen, was auf zweierlei Art geschehen kann: Liegt eine Substanz vor, welche durch den glühenden Kohlenstoff des verbrennenden Filters nicht zu Metall reducirt wird,

so löst man den Niederschlag möglichst vollständig vom Filter los, bringt denselben ohne Verlust in einen gewogenen Tiegel, legt um das zusammengefaltete Filter eine Platinspirale, entzündet das Filter und hält es während des Verbrennens über den Tiegel, der den Niederschlag enthält; den Tiegel selbst stellt man auf eine Porcellanplatte oder einen Bogen Glanzpapier, so dass etwa herabfallende Theilchen des Niederschlags oder der Asche mit Hülfe eines Pinsels in den Tiegel gebracht werden können. Schliesslich glüht man den Niederschlag sammt Asche bis zum constanten Gewicht. — Niederschläge aus Silber-, Blei-, Zinn-, Zinkverbindungen etc., welche durch den glühenden Kohlenstoff des verbrennenden Filters leicht reducirt werden, müssen möglichst vollständig vom Filter losgelöst werden; den Niederschlag bringt man auf eine Uhrschale, verascht das Filter, häufig mit Ammoniumnitrat getränkt, für sich im gewogenen Porcellantiegel, bringt erst dann den Niederschlag dazu und glüht. Bei dieser Art des Veraschens der Filter beschlägt sich der kältere Theil des Tiegels häufig mit einem schwarzen Theer, der sich aber durch Glühen der betreffenden Stelle unter Luftzutritt meist leicht beseitigen lässt. — Ein Glühen über dem Gebläse ist nur bei einigen Substanzen unbedingt nothwendig, z. B. beim Aufschliessen vieler Silikate durch Schmelzen mit Kaliumnatriumcarbonat, beim Glühen des Calciumoxalates zur Ueberführung in Oxyd, beim Glühen der Kieselsäure etc. Es ist bei den einzelnen Substanzen stets angegeben, wenn sie über dem Gebläse geglüht werden müssen. Findet sich keine besondere Angabe darüber vor, so erhitzt man stets über der einfachen Bunsenflamme. — Um Verwechslungen zu vermeiden, empfiehlt es sich, besonders wenn man gleichzeitig mehrere Bestimmungen auszuführen hat, die Werthe nach dem folgenden Schema anzuschreiben. Hat man z. B. die Schwefelsäure als Baryumsulfat gewogen, so ist für diese Bestimmung zu notiren:

$$\begin{array}{r}
 \text{Gewicht des Platintiegels} + SO_4 Ba = \\
 - \text{Gewicht des Platintiegels} \quad \quad \quad = \\
 \hline
 \text{Gewicht von } SO_4 Ba \quad \quad \quad =
 \end{array}$$

Wiegt die Asche von einem Filter mehr als 1 Milligramm, so ist das Gewicht derselben von dem Gewicht des Baryumsulfates abzuziehen; sonst kann die Filterasche bei der Berechnung unberücksichtigt bleiben.

### Das Trocknen der Niederschläge auf gewogenem Filter.

Verschiedene Niederschläge dürfen nicht gegläht werden, sei es dass sie sich hierbei verflüchtigen oder zersetzen würden; zu dieser Art von Niederschlägen gehören z. B. Arsentrisulfid  $As_2S_3$ , Quecksilbersulfid  $HgS$ , Quecksilberchlorür  $HgCl$ , Kupferrhodanür  $CNSCu$ , Kaliumplatinchlorid  $K_2PtCl_6$ .

Derartige Niederschläge werden auf einem bei  $100^{\circ}$  vollständig ausgetrockneten und gewogenen Filter gesammelt und in einem Trockenschrank, bezw. sog. Luftbad bei derselben Temperatur bis zum constanten Gewicht getrocknet. Man hat zu diesen Bestimmungen ein Paar gut auf einander passende, eingeschliffene Uhrgläser nöthig, welche durch einen elastischen Messing- oder Nickelhalter auf einander gepresst werden. Statt der Uhrgläser kann man auch ein entsprechend grosses Wägegläschen benützen. Man legt ein Filter auf die eine Uhrschaale, oder in das offen zu haltende Wägegläschen, in den Trockenschrank, lässt 1—2 Stunden darin austrocknen, legt dann das zweite Uhrglas darauf, schliesst mit dem Halter, bezw. verschliesst man das Wägegläschen und wägt nach dem Erkalten im Exsiccator. Hierauf lässt man das Filter nochmals etwa  $\frac{1}{2}$  Stunde lang im Trockenschrank auf offener Schale austrocknen und wägt es wiederum nach dem Erkalten. Hat das Filter hierbei noch an Gewicht verloren, so ist es noch ein drittes Mal auszutrocknen, d. h. so lange bis zwischen zwei Wägungen nach jedesmaligem vorausgehendem Trocknen keine erhebliche Differenz<sup>1</sup> mehr stattfindet.

Bemerkenswerth ist, dass die letzten Spuren von Feuchtigkeit nur sehr langsam aus dem Filter entweichen und dass ein ausgetrocknetes Filter äusserst hygroskopisch ist; das Filter muss daher stets im wohlverschlossenen Gefäss, sei es zwischen den zwei eingeschliffenen Uhrgläsern mit einem darum gelegten Halter oder im verschlossenen Wägegläschen gewogen werden.

Hat man das Filter vollständig ausgetrocknet, so bringt man den betreffenden Niederschlag darauf, wäscht ihn gut aus und trocknet wieder bis zur Gewichtsconstanz. Zieht man das erst erhaltene

<sup>1</sup> Dieselbe soll nicht mehr betragen als etwa 1 Milligramm.



$$\text{II. } S : x \text{ (von I)} = 100 : P.$$

$$P = \frac{100 \cdot x}{S}.$$

Diese beiden Proportionen lassen sich zu einer einzigen Gleichung zusammenziehen; führt man nämlich in die Gleichung II für  $x$  den Werth  $\frac{Ba}{SO_4 Ba} \times N$  von I ein, so erhält man den vereinfachten Ausdruck

$$P = 100 \cdot \frac{\frac{Ba}{SO_4 Ba} \cdot N}{S},$$

nach welchem direct gerechnet werden kann.

Bei allen Baryumbestimmungen als Sulfat kommt der Ausdruck  $\frac{Ba}{SO_4 Ba}$  zur Ausrechnung; derselbe dient in der obigen Gleichung als Factor; bezeichnet man diesen allgemein mit  $F$ , so vereinfacht sich die Rechnung zu folgender Gleichung

$$P = 100 \cdot \frac{F \cdot N}{S}$$

Nach dieser zusammengezogenen Formel findet man direct den Procentgehalt einer zu bestimmenden Substanz und lassen sich nach derselben fast alle quantitativen Bestimmungen ausrechnen.

Man hat bei derartigen Berechnungen fast immer mit solch constanten Factoren zu rechnen; z. B. bei der Bestimmung des Chlors als Chlorsilber mit dem Ausdruck

$$\frac{Cl}{Ag Cl} = \frac{35,45}{143,38} = 0,24725,$$

bei der Bestimmung des Magnesiums als Magnesiumpyrophosphat mit

$$\frac{2 Mg}{P_2 O_7 Mg_2} = \frac{48,76}{222,72} = 0,2186,$$

bei der des Eisens als Oxyd mit

$$\frac{2 Fe}{Fe_2 O_3} = \frac{112}{160} = 0,75 \text{ etc.}$$

Der Factor  $F$  ist somit diejenige Zahl, mit welcher man das Gewicht eines erhaltenen Niederschlags  $N$  multipliciren muss, um aus ihm das Gewicht eines seiner Bestandteile zu erfahren.

## 2. Die Berechnung mit Logarithmen.

Der Ausdruck

$$P = 100 \cdot \frac{F \cdot N}{S}$$

gibt für die logarithmische Berechnung die Formel

$$\log P = \log N + \log F - \log S.$$

Die 2, welche als Logarithmus 100 eigentlich noch hinzukommen müsste, kann man der Einfachheit halber fortlassen; es dürfte ja niemals Zweifel darüber sein, an welche Stelle im Numerus das Komma zu setzen ist. Anstatt den  $\log S$  von der erst gebildeten Summe ( $\log N + \log F$ ) zu subtrahiren, kann man auch die decadische Ergänzung ( $1 - \log S$ ) addiren; dann reducirt sich die ganze Procentberechnung auf das Anschreiben von drei Logarithmen, Bilden der Summe und Aufschlagen des zugehörigen Numerus:

$$\log P = \log N + \log F + (1 - \log S).$$

Beispiel. 0,525 g krystallisirtes Baryumchlorid gaben 0,498 g Baryumsulfat; es soll daraus der Baryumgehalt des Baryumchlorids, in Procen te ausgedrückt, berechnet werden.

Ohne Logarithmen.

I.  $Ba : SO_4 Ba = x : 0,498$

137 : 233 =  $x : 0,498$

$x = 0,2928$

$137 \cdot 0,498 = 233x$

$x = \frac{137 \cdot 0,498}{233}$

II.  $0,525 : 0,2928 = 100 : P$

$P = 55,77.$

Da der constante Factor

$$F = \frac{Ba}{SO_4 Ba} = 0,5879$$

ist, so ergibt sich nach der zusammengezogenen Formel die Rechnung:

$$P = 100 \cdot \frac{0,498 \cdot 0,5879}{0,525} = 55,76 \text{ Proc. Baryum.}$$

Mit Logarithmen.

$$\begin{aligned} \log 498 &= 69723 \\ \log 5879 &= 76930 \\ (1 - \log 5.25) &= \underline{27984} \\ \log P &= 74637 \\ P &= 55,77 \text{ Proc. Baryum.} \end{aligned}$$

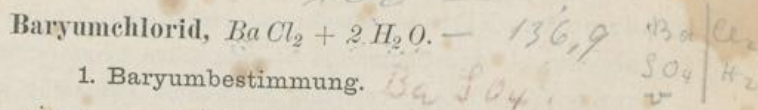
Der Anfänger im Logarithmiren wird zweckmässig die Kennziffern notiren; dann ist für das angeführte Beispiel zu schreiben:

$$\begin{aligned} \log 100 &= 2 \\ \log 0,498 &= 0,69723 - 1 \\ \log 0,5879 &= 0,76930 - 1 \\ (1 - \log 0,525) &= \underline{0,27984} \\ \log P &= 1,74637. \\ P &= 55,77. \end{aligned}$$

## II.

## Die gewichtsanalytischen Bestimmungen der Metalle.

Zwei einfache Uebungsbeispiele.



### 1. Baryumbestimmung.

Man löst in einem geräumigen Becherglas 0,3 bis 0,6 g Substanz in etwa 60 ccm Wasser auf, fügt 20 bis 30 Tropfen verdünnte Salzsäure (10%  $HCl$ ) hinzu und erhitzt zum Sieden; dann versetzt man so lange mit heisser verdünnter Schwefelsäure, als noch ein Niederschlag entsteht, rührt gut durch, kocht nochmals auf und lässt in der Wärme auf einer Asbestplatte oder dem Wasserbade bis zur Klärung absitzen. Die über dem Niederschlag stehende klare Flüssigkeit giesst man durch ein Filter von bekanntem Aschengehalt, rührt den Niederschlag mit kochend heissem Wasser an, lässt absitzen und giesst wiederum durch's Filter klar ab. Diese Operation wiederholt man noch 1 bis 2 Mal, bringt schliesslich den Niederschlag ohne Verlust auf's Filter und wäscht, falls es nöthig