

Auf jeden Fall bewahre man die Sterne wohlgeschützt in einer mit Uhrglas bedeckten Glasschale auf und greife sie nie anders als mit einer reinen Platinspitzenpinzette an.

Es wäre wünschenswert, daß die Platinschmelze Heräus in Hanau 4—6strahlige Platinsterne von 50 mm Länge in den Handel brächte, die in die verwendeten Röhren leicht hineinpassen.

Das Filterröhrchen.

Bis zum Jahre 1912 verwendete ich zum Absaugen von Halogensilberniederschlägen einen Mikro-Gooch-Tiegel, der bald dem Neubauer-Tiegel Platz machen mußte. Der Wunsch, mittels Heber die Halogensilberniederschläge automatisch auf die Filterschicht überzuführen, war die Ursache für die Konstruktion eines Filterröhrchens, welches den gestellten Anforderungen entsprach. Die Gestalt desselben geht aus der Abb. 25a hervor, welche auch den spiralog in einer Ebene aufgedrehten Platindraht zeigt, der auf dem Boden des Filterröhrchens als Unterlage für die darauf festgesaugte Asbestmasse gedient hat. Immerhin hafteten diesen kleinen Apparaten noch einige Mängel an, insbesondere der, daß die im zylindrischen Bodenanteil befindliche Asbestmasse beim ersten Feuchtwerden infolge Quellung Verschiebungen ausgesetzt war, die manchmal zu Undichtigkeiten zwischen der Filtermasse und der Glaswand führten. Diese Mängel wurden durch die neue Form des Filterröhrchens Abb. 25b völlig behoben, welche sich seit dem Frühjahr 1914 in ununterbrochener Verwendung als tadellos und einwandfrei erwiesen hat. Sein erweiterter oberer Teil ist aus einer 9 mm im äußeren Durchmesser messenden Spindelglasröhre angefertigt, an die eine 4 mm dicke Glasröhre angesetzt ist. An der Vereinigungsstelle beider befindet sich eine Verengung des

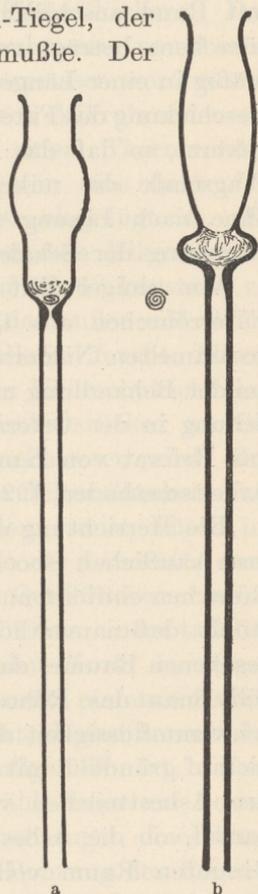


Fig. 25. a) Altes Filterröhrchen mit Platindrahtspirale. b) Neue Form des Filterröhrchens. (Natürl. Größe.)

Lumens bis auf einen halben Millimeter, worauf der weitere Rohranteil auf einen Durchmesser von etwa 11 mm in der Länge von etwa 4 mm derart aufgeblasen ist, daß an der Stelle des Schaftes mit dem verjüngten Lumen ein flacher Raum zur Aufnahme der Asbestmasse entsteht, deren Ränder in der Peripherie auch beim Feuchtwerden am Höhersteigen verhindert werden. Über diesem Raume für die Filtermasse befindet sich eine zweite, 15 mm lange Auftreibung, ebenfalls bis zu einem äußeren Durchmesser von 11 mm, an die sich ein kurzer Halsteil mit Rand anschließt. Die Länge des weiten Teiles des Filterröhrchens beträgt rund 35 mm; der dünne Schaft wird zweckmäßig in einer Länge von 80—90 mm hergestellt und später, nach Beschickung des Filterröhrchens mit der Asbestmasse, entsprechend gekürzt, so daß das Röhrchen bequem auf die Haken der linken Wagschale der mikrochemischen Wage aufgelegt werden kann, ohne nach Lösung der Arretierung eine wesentliche Seitenverschiebung der Schale zur Folge zu haben.

Vor einiger Zeit hat Rob. Strebinger empfohlen, dieses Filterröhrchen aus Quarzglas herzustellen, um damit die darin gesammelten Niederschläge glühen zu können. Bezüglich dessen heikler Behandlung und Verwendung muß ich auf seine Veröffentlichung in der Österr. Chemiker-Zeitung 21, 71 (1918) sowie auf das Referat von Emich in Abderhaldens Handbuch der biolog. Arbeitsmethoden 1921, Abt. I, Teil 3, Heft 1, S. 279 verweisen.

Die Herrichtung des Filterröhrchens erfolgt in der Weise, daß man käuflichen Gooch-Tiegelasbest in trockenem Zustande in das Röhrchen einführt und mit einem scharfkantigen Glasstab so nachstopft, daß namentlich die Peripherie des für die Filtermasse vorgesehenen Raumes damit vollkommen erfüllt wird. An der Pumpe füllt man das Röhrchen etwa zweimal mit einer dünnen Aufschwemmflüssigkeit derselben Asbestmasse in Wasser voll, wäscht hierauf gründlich mit Wasser nach, um die zahlreichen lose sitzenden Asbestteilchen völlig zu entfernen, und sieht insbesondere darauf, ob die Asbestmenge hinreichend ist, um den für sie bestimmten Raum vollends zu erfüllen. Hierauf unterwirft man diese Asbestmasse der Reihe nach einigen Waschoptionen und zwar: erstens mit heißer Schwefelchromsäure, dann mit Wasser; zweitens mit heißer Salpetersäure und Wasser und schließlich mit Alkohol. Nach dieser Behandlung wird das Filterröhrchen durch

Hindurchsaugen eines Luftstromes unter gleichzeitigem Erwärmen getrocknet. Diesem Zwecke dient ein Apparat, der ursprünglich zum Austrocknen der älteren Form der Absorptionsapparate geeignet hat und dem daher der Name Regenerierungsblock (Abb. 14) geblieben ist. Er besteht im wesentlichen, wie aus der Abbildung hervorgeht, aus zwei aufeinander geschliffenen Kupferblöcken, deren jeder mit zwei Halbrinnen versehen ist, die sich einander zu zylindrischen Kanälen ergänzen. Der eine der beiden hat einen Durchmesser von 12 mm und dient mit seinem erweiterten Teile zur Aufnahme des Filterröhrchens. Der zweite Kanal ist enger und besitzt einen Durchmesser von 8 mm. Diese beiden aufeinander geschliffenen Kupfermassen werden von unten her durch einen sehr fein einstellbaren Mikrobrenner erwärmt; die erreichte Temperatur kann an einem Thermometer abgelesen werden, das in horizontaler Lage in eine dafür bestimmten Bohrung der unteren Kupfermasse eingefügt ist. Es gelingt infolge der feinen Regulierung, die an dem Mikrobrenner angebracht ist, die Temperatur tagelang auf 2—3° konstant zu erhalten. Zum Zwecke der Trocknung wird das außen mit einem reinen Tuche abgewischte, innen noch vom Alkohol feuchte Filterröhrchen mit seinem Schafte in ein Stückchen Kautschukschlauch gesteckt, welches mit Hilfe eines Glaszwischenstückes an die Schlauchleitung der Wasserstrahlpumpe angeschlossen wird. Zuvor ist es aber notwendig, die Mündung des Filterröhrchens mit einer Luftfiltriervorrichtung zu versehen, denn sonst würde infolge der reichlichen Staubpartikelchen, die in der Laboratoriumsluft stets vorhanden sind, eine fehlerhafte Gewichtsvermehrung entstehen. Die Luftfiltriervorrichtung besteht aus einem tadellos in den Halsteil des Filterröhrchens passenden Kork, in dessen zentraler Bohrung mit einem kurzen Röhrenansatz ein etwa 30 mm langes und 8—9 mm weites Rohr eingefügt ist, dessen Innenraum mit festgestopfter entfetteter Watte vollgefüllt ist. Zum Trocknen der Halogensilberniederschläge wählt man am besten eine Temperatur von 120—125°. Beim Durchsaugen eines langsamen Luftstromes durch das in der weiten Bohrung des Regenerierungsblockes liegende Filterröhrchen ist die Trocknung des Niederschlages sowie der Asbestmasse in längstens fünf Minuten erreicht. Es ist gut, danach den Schaft für wenige Minuten noch in die enge Bohrung einzulegen, damit nicht dort etwa einige

kondensierte Flüssigkeitsanteile zurückbleiben. Das so getrocknete Filterröhrchen wird nach Abnahme der Verbindung mit der Pumpe und nach der Entfernung des Luftfilters ebenso wie die Absorptionsapparate zuerst mit feuchtem Flanell und hierauf mit Rehlederläppchen abgewischt und am besten sofort in die Wage gelegt.

Infolge der großen Asbestmasse ist die Gewichtskonstanz dieser Apparate erst nach 30 Minuten erreicht. Werden sie vor Staub geschützt aufbewahrt, so kann man als Anfangsgewicht immer das letztnotierte Gewicht in Rechnung setzen.

Wir verwenden diese Röhrchen für alle drei Halogensilber-niederschläge hintereinander; denn für alle drei gelten dieselben analytischen Regeln der Behandlung. Hat die Menge der Halogensilberniederschläge 50—60 mg erreicht, so beginnt die Filtration schwierig zu werden und es empfiehlt sich dann, das Halogensilber mit konzentrierter erwärmter Cyankaliumlösung zu entfernen. Hat man diese mit Wasser verdrängt, unterzieht man das Röhrchen dem früher geschilderten Waschprozesse mit warmer Schwefelchromsäure, Wasser und Alkohol, indem man mit jeder dieser Flüssigkeiten den oberen Raum des Filterröhrchens zweimal bis zum Rande vollfüllt.

Die Reagenzien.

Es ist selbstverständlich, daß die zur Ausführung der Halogenbestimmung erforderlichen Reagenzien absolut frei von Halogenen sein müssen. Außerdem müssen die verwendeten Lösungen vollkommen klar und frei von suspendierten Teilchen sein. Daher empfiehlt es sich, die erforderlichen Lösungen nicht unmittelbar aus den Vorratsflaschen zuzusetzen, sondern erst in Reagensgläser abzufüllen, und wenn sie dort einwandfrei befunden worden sind, zu verwenden. Sogar das

destillierte Wasser

erfordert einige Sorgfalt bei der Herstellung und darf in einer Menge von 10 ccm, mit fünf Tropfen Salpetersäure und ebensoviel Silbernitrat versetzt, nach zehn Minuten langem Erwärmen im siedenden Wasserbade keine Spur einer Opalescenz zeigen. Man verschließt die Mündung der Vorratsflasche zweckmäßigerweise mit einem Natronkalkrohr, um die Laboratoriumsluft abzuhalten.