

Tropfen Alkohol, um darauf sofort wieder das Abspülen in der geschilderten Weise mit Wasser vorzunehmen. Die aufeinanderfolgende Benutzung von Alkohol und Wasser als Spülflüssigkeit löst auch hartnäckig festsetzende Niederschlagsteilchen, falls die Glasfläche ursprünglich rein und fettfrei gewesen ist, infolge des bekannten Oberflächenspannungsphänomens mit Leichtigkeit los. Sollte trotz aller Vorsicht an irgendeiner Stelle ein größeres Teilchen nicht zu entfernen sein, so kann man es mit vollem Erfolg durch Benutzung des „Federchens“ loslösen. Der Inhalt der bauchigen Epruvette hat sich beim Abspülen so weit vermehrt, daß das Niveau etwas über die Mitte der bauchigen Erweiterung reicht. Nach Zusatz von 5 Tropfen konzentrierter halogenfreier Salpetersäure stellt man die Vorlage in ein schwach siedendes Wasserbad, bis die Erscheinungen beginnenden Siedens bemerkbar sind. Es sei hier ausdrücklich bemerkt, daß sich das Abdampfen des Alkohols, wie es die Makroanalyse vorschreibt, als vollkommen überflüssig erwiesen hat und daß in der kurzen Zeit der Erwärmung von 1—2 Minuten die Halogensilberdoppelverbindung völlig bis zum Ende zersetzt worden ist. Das abgeschiedene Jodsilber wird nach erfolgter Abkühlung unter dem Wasserstrahl oder in einem mit kaltem Wasser gefüllten Becherglas auf einem Filterröhrchen in der bekannten Weise abgesaugt und nach entsprechender Zeit gewogen.

### Die Vorbereitung der Substanz für die Methoxylbestimmung.

Ursprünglich habe ich die Wägung der Substanz in 1 mm weiten, 12 mm langen Glaskapillaren vorgenommen, indem die Kapillare zuerst leer und dann nach senkrechtem Aufstoßen derselben in die entsprechend getrocknete Substanz, wieder gewogen wurde. Bei dieser Einfüllungsart durch Einbohren der Kapillare in die auf einem Uhrglas befindliche Substanz gelang es, 3—5 mg derselben unterzubringen. Nach allseitigem Abwischen konnte für die 2. Wägung die Kapillare so auf die Wagschale gebracht werden, daß ihr gefülltes Ende über dieselbe vorragte. Um bei den weiteren Hantierungen Verluste zu vermeiden, wurde ein quadratisches Stückchen Stanniol von 6 mm Seite auf das Analysenheft gelegt und die Kapillare in horizontaler Lage auf dasselbe so übertragen, daß ihr gefülltes Ende in die Mitte des Quadrates zu liegen kam

und durch Zusammenlegen und Zusammendrehen des Stanniolblättchens jeder weitere Verlust vermieden werden konnte. Schon diese ersten Versuche machten mich mit den Vorteilen bekannt, die diese kleinen Mengen von Zinn bei der Ausführung der Methoxylbestimmung haben: die sonst so sehr zum Stoßen neigende Jodwasserstoffsäure siedet infolge des ausgeschiedenen Stannojodids andauernd ruhig, ohne zu stoßen, deshalb ist auch die Einbringung von Porzellanscherben und ähnlichen den Siedeverzug hintanhaltenden Mitteln bei der Ausführung der Methoxylbestimmung in der beschriebenen Form völlig überflüssig.

Seit dem Jahre 1913 verwende ich für die Abwägung der Substanz nicht mehr Glaskapillaren, sondern Stanniolhütchen. Ein quadratisches Stück Stanniol von etwa 16 mm Seite wird durch Abschneiden der Ecken in die Form eines regelmäßigen Achteckes gebracht und über dem Ende eines Glasstabes von 5 mm Durchmesser, dessen Kanten abgelaufen sind, durch Zusammenrollen zwischen den Fingern und Aufpressen auf das Analysenheft zu einem Nöpfchen geformt, welches sich durch entgegengesetztes Drehen leicht vom Glasstab entfernen läßt, worauf es gewogen wird. Es hat sich gezeigt, daß die Methoxylbestimmungen zu niedrig ausfallen, wenn diese Stanniolhütchen übermäßig groß und zu schwer sind. Dies ist auch begreiflich, denn die Konzentration der Jodwasserstoffsäure wird durch größere Zinnmengen merklich herabgesetzt. Seit wir regelmäßig darauf achten, daß das Hütchen nie mehr als 20 mg wiegt und seitdem das Siedekölbchen vor jeder Bestimmung sorgfältigst getrocknet wird, sind keine Mißerfolge bei Methoxylbestimmungen mehr zu verzeichnen gewesen.

Das gewogene Hütchen bringt man aus der Wage auf das Analysenheft, füllt die für die Bestimmung erforderliche Substanzmenge von 3—5 mg mit der Federmesserspitze ein und rollt schließlich das Hütchen zwischen den drei Fingern der rechten Hand zu einem kleinen Wickel zusammen, der nach kurzer Wartezeit gewogen und danach auf einem Kupferblock im Exsiccator zum Apparat übertragen werden kann.

### Der rote Phosphor.

Das käufliche Handelspräparat eignet sich nicht ohne weiteres für die Methoxylbestimmung. Zum Zwecke seiner Reinigung wird es auf dem siedenden Wasserbade eine halbe Stunde lang mit