

#### XIV. Notizen über die Reinigung kleiner Substanzmengen.

Die Reinigungsoperationen an kleineren Substanzmengen, etwa einigen Zentigrammen, sind allenthalben bekannt und geübt; handelt es sich aber darum, mit noch kleineren Substanzmengen, wenigen Milligrammen, sein Auslangen zu finden, so ist noch größere Vorsicht und zweckmäßigeres Vorgehen erforderlich, um die unvermeidlichen Verluste auf das kleinste Maß zu beschränken.

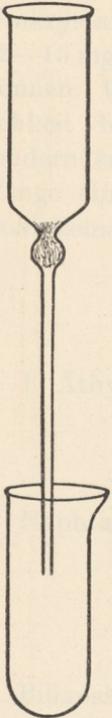


Abb. 40.  
Mikrotrichter  
und  
Mikrobecher.  
(Nat. Größe.)

Für das Umkrystallisieren solch geringer Mengen, etwa des Rückstandes nach einer Mikro-Molekulargewichtsbestimmung, hat es sich als vorteilhaft erwiesen, als Gefäße die abgesprengten 40—50 mm langen unteren Enden gewöhnlicher Reagensgläser von etwa 14 mm Durchmesser zu verwenden. Beim Ablaufenlassen ihres Randes ist es leicht möglich, einen kleinen Schnabel anzubringen (Abb. 40). In solchen Gefäßen läßt sich die Lösung über der kleingedrehten entleuchteten Flamme des Mikrobrenners bereiten, ohne daß man in engen Gläschen ein Hinausschleudern infolge Siedeverzuges befürchten müßte, wenn in dem schräg gehaltenen Gefäß mit einem kleinen Glasquirl beständig gerührt wird. Diesen bereitet man sich aus einem durch Ausziehen vor der Flamme gewonnenen Glasstab von 1 mm Dicke und etwa 120 mm Länge. Ein Ende desselben ist vor der Flamme zu einem schräghängenden Glastropfen von 2—3 mm Durchmesser verdickt, während das andere Ende zylindrisch bleibt, um beim Gebrauch zwischen Daumen und Zeigefinger hin und her gerollt zu werden.

Die Filtration heißer Lösungen, die in diesem Falle besser nicht völlig gesättigt sein sollen, erfolgt am einfachsten über Watte oder Asbest als Filtermasse, die in die sog. Mikrotrichterchen (Abb. 36) trocken eingeführt und leicht festgedrückt wird. Die letzteren bereitet man sich aus den oberen Enden gewöhnlicher Reagensgläser, die etwa 40 mm vom Rande vor der Flamme zu einem 1,5—2 m weiten und etwa 40—50 mm langen Röhrrchen verjüngt werden. Die im übrigen plötzlich übergehende Stelle des weiten Teiles in das enge Röhrrchen

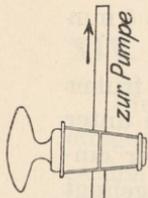
besitzt eine nur angedeutete kugelige Erweiterung von etwa 5 mm Durchmesser zur Aufnahme der Filtermasse.

Die filtrierte Lösung fängt man am besten in einem der früher verwendeten kurzen, weiten Reagensgläser auf, wo man sie unter beständigem Quirlen nach Belieben über dem Mikrobrenner eindampft. Durch Quirlen der hernach abgekühlten Lösung gelingt es sogar, Substanzen, die sonst sehr träge krystallisieren, im Verlaufe von wenigen Minuten zur Ausscheidung zu bringen.

Für das Absaugen von so gewonnenen Krystallisationen im Gewichte von nur wenigen Milligrammen leistet ganz besonders gute Dienste die Mikronutsche (Abb. 40) von Emil Schwinger, die in ihrer Konstruktion etwas an Haushofers Papierfilter erinnert. Sie besteht aus einer 100 mm langen dickwandigen Glasröhre von 10 mm im äußeren Durchmesser und einem Innendurchmesser von 2—2,5 mm. Ihr oberes Ende ist senkrecht zur Längsachse eben abgeschliffen und poliert, das untere hingegen abgeschragt, um das Abtropfen zu erleichtern. Aus Röhren gleichen äußeren Durchmessers, die nur ein um höchstens 1 mm weiteres Lumen haben können, ist der trichterförmige erweiterte Oberteil angefertigt. Er hat eine Länge von 45 mm und ist im Bereiche von 35 mm seiner Länge auf eine innere Weite von 10 mm erweitert. Das unerweitert gebliebene untere Ende ist ebenfalls senkrecht zur Achse eben abgeschliffen und poliert, so daß es auf die obere Schlißfläche der früher erwähnten Glasröhre ziemlich gut paßt. Diese beiden Glasstücke werden durch ein entsprechendes Schlauchstück, das über beide zur Hälfte übergreift, in gegenseitiger Lage festgehalten, nachdem man ein mit dem Korkbohrer ausgeschnittenes, kreisrundes Hartfilterstück zwischen die beiden Schlißflächen gebracht hat. Für die Zwecke des Absaugens von Krystallisationen befestigt man den röhrenförmigen Unterteil dieser Mikronutsche mittels eines ausgebohrten Kautschukpfropfens in einem gewöhnlichen kleinen Absaugekolben, oder wenn es sich darum handelt, auch die Mutterlauge quantitativ zu gewinnen, in der mittleren Tubulatur einer doppelt tubulierten und auf einer Glasplatte aufgeschliffenen Glasglocke. Zum Auffangen des Filtrates stellt man unter die Glasglocke eine kleine Abdampfschale. Der Gebrauch



Abb. 41.  
Mikro-  
nutsche  
von  
Schwin-  
ger.  
( $\frac{1}{2}$   
natürl.  
Größe.)



dieser Vorrichtungen erklärt sich von selbst. Es wäre hier nur noch zu erwähnen, daß sich zum Aufbringen der Krystallisationen und zum Nachwaschen derselben kleine Spritzflaschen mit feiner Ausflußöffnung, die man sich aus gewöhnlichen Reagensgläsern anfertigt, als besonders angenehm im Gebrauch erwiesen haben. Nachdem alles Flüssige abgetropft ist, schiebt man das Kautschukverbindungsstück völlig auf den Glasunterteil und bringt den nun frei gewordenen Glasoberteil samt Papierfilter auf ein Uhrglas, über dem man die Krystalle aus dem engen Lumen des Glasoberteiles mit einem ziemlich gut passenden, quer abgeschnittenen, scharfkantigen Glasstab herauschiebt.

Für die Reinigung kleiner Flüssigkeitsmengen durch Destillation im Vakuum wurde von mir wiederholt ein kleines Apparatchen (Abb. 42) angewendet, das

man sich leicht aus einem einzigen Reagensglas gewöhnlicher Größe bereiten kann. Zu diesem Zweck zieht man sich zuerst am Boden des Reagensglases eine feine Kapillare von etwa 200—300 mm Länge. Den übriggebliebenen Teil des Reagensglases zieht man an zwei Stellen zu etwa 2 mm weiten und 20—25 cm langen Kapillaren so aus, daß zwischen ihnen und der erst angefertigten feinen Kapillare Rohrabchnitte von unverändertem Querschnitt des Reagensglases in der Länge von etwa 35 mm übrigbleiben. In der rußenden Flamme wird das so gewonnene lange Glasobjekt entsprechend der beigesetz-

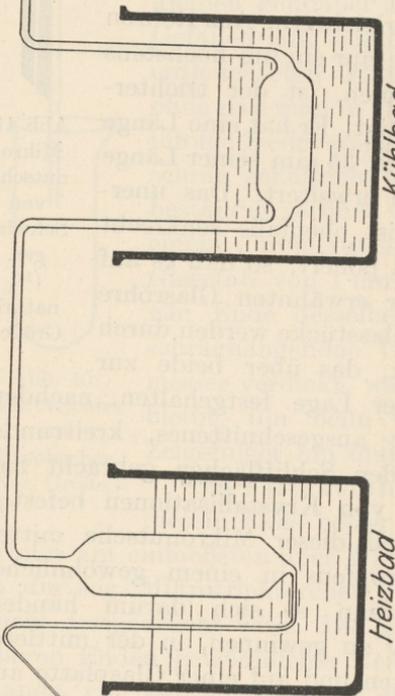


Abb. 42. Mikrovakuum-Destillation. (Natürl. Größe.)

ten Zeichnung (Abb. 42) gebogen. In den Mündungsteil bringt man mittels eines einfach gebohrten Korkes einen Glashahn, der die Verbindung mit der Pumpe herstellt. Dieser Glashahn wird in einem Stativ horizontal eingeklemmt und trägt den übrigen Apparat, der weiter keine Unterstützung erhält. Infolge der hohen Elastizität des Glases ist der so hergestellte Apparat wider alles Erwarten sehr wenig zerbrechlich.

Die zu destillierende Flüssigkeit saugt man nach dem Einschalten der Pumpe durch das offene Ende der Endkapillare in den vertikal stehenden Destillationsraum. Hernach zieht man das Ende dieser Kapillare in der Bunsenflamme haarfein aus, um während der Destillation nur minimalen Luftmengen regelmäßig den Durchtritt (zur Vermeidung des Siedeverzuges) zu gestatten; denn bei zu weiten Capillaren kann es zum Hinüberschleudern nicht destillierter Flüssigkeitsanteile kommen. Sowohl der vertikal stehende Destillationsraum als die horizontal gerichtete Vorlage finden in zwei Bechergläsern oder kleinen Töpfen auf Stativen Platz, von denen das eine mit der entsprechenden Heizflüssigkeit, das andere mit einem, wenn nötig durch Eis gekühlten Kühlbad beschiekt ist. Es ist selbstverständlich, daß bei dieser Anordnung während der Destillation nur die Temperatur des Heizbades und nicht die der destillierenden Flüssigkeit gemessen werden kann. Nach Beendigung der Destillation wird das in der Vorlage angesammelte Destillat bis zur weiteren Verwendung durch Zuschmelzen der beiden kapillaren Ansätze vor weiteren Veränderungen gesichert. Mit Vorliebe habe ich allen Fachgenossen, die bei mir auch die Verbrennung von Flüssigkeiten üben wollten, die Reinigung von Nitrobenzol auf diesem Wege durchzuführen empfohlen.

Für die Reinigung kleinster Substanzmengen durch Sublimation hat sich der schon in einem früheren Abschnitt beschriebene sog. Regenerierungsblock als sehr brauchbar erwiesen. Soll die Sublimation bei gewöhnlichem Druck vorgenommen werden, so genügt es meist, den zu reinigenden Körper in ein etwa 200 mm langes, einseitig geschlossenes Glasrohr von 7 mm äußerem Durchmesser einzubringen, dessen geschlossenes Ende in den Regenerierungsblock eingebracht wird. Die Möglichkeit, daselbst die Temperatur zu kontrollieren, gestattet es, diesen Vorgang mit großer Sorgfalt und ohne Überschreitung der eben erforderlichen

Temperatur durchzuführen. Sind für die Sublimationen höhere Temperaturbereiche erforderlich, als sie mit dem Mikrobrenner des Regenerierungsblockes erreicht werden können, so lassen sich diese leicht durch einen schräg hingestellten Bunsenbrenner erzielen. Soll gleichzeitig ein indifferentes Gas durchgeschickt werden, so bedient man sich eines etwas längeren Rohres mit einer kapillaren Verengung im ersten Drittel, auf die zunächst eine Lage Asbest und hierauf der zu reinigende Körper gebracht wird. An das kürzere, aus dem Regenerierungsblock vorragende Ende des Röhrchens schließt man den entsprechenden Gasentwicklungsapparat an. Bei der Sublimation im Vakuum bedient man sich natürlich des ersterwähnten einseitig geschlossenen Rohres, dessen offenes Ende durch einen darübergezogenen Schlauch mit der Pumpe verbunden ist. In allen Fällen gewinnt man den gereinigten Körper nach durchgeführter Sublimation dadurch, daß man den Bereich der Röhre herausschneidet, wo sich das Sublimat angesammelt hat, um es von dort leichter mit einem reinen scharfkantigen Glasstab auf ein Uhrglas herauszuschaben.

## XV. Die Berechnung der ausgeführten Mikroanalysen.

Sie wird nun wohl ausschließlich auf logarithmischem Wege mit genauen Atomgewichten unter Benutzung der logarithmischen Rechentafeln für Chemiker von F. W. Küster durchgeführt. Ich verweise hier ausdrücklich auf die „Erläuterungen“, die Küster zu Tafel 6 in der 14. Auflage seines Büchleins (S. 54—59) gibt, und möchte noch besonders hervorheben, daß man niemals die Mühe scheuen darf, bei der Berechnung des Prozentgehaltes einer Formel die Rechnung für sämtliche darin enthaltene Elemente, auch dann, wenn nur ein oder zwei Elemente in Frage kommen, durchzuführen, also auch für den Sauerstoff, weil man nur, wenn die Summe sämtlicher Prozentzahlen den Wert von 100 ergibt, die Gewähr hat, fehlerfrei gerechnet zu haben. Für die Berechnung der Analysen sollen im nachfolgenden, genau so wie Küster es empfiehlt, die entsprechenden Faktoren und ihre Mantissen angegeben werden. Außerdem dürfte es vielleicht dem Mikroanalytiker angenehm sein, Umrechnungsfaktoren für die maßanalytische Bestimmung des