

rötliche Färbung. Der erhaltene Blindwert ist von der bei der Analyse verbrauchten Thiosulfatmenge zu subtrahieren.

Berechnung: 1 ccm n/100 Thiosulfat entspricht 0,3748 mg Arsen. $\log. \% \text{ As} = \log. (0,3748) + \log. (\text{ccm Thiosulfat}) + (1 - \log. \text{Einwaage}).$

Bestimmung von Metallen in Salzen nach F. Pregl.

(Rückstandsbestimmung.)

Die Bestimmung der Metalle in Salzen erfolgt dem Charakter des Metalles entsprechend entweder direkt durch Verbrennung der Substanz und Bestimmung des Glührückstandes oder durch Abrauchen mit Schwefelsäure. Die Veraschung erfolgt in Mikrotiegeln aus Porzellan oder Platin, welche eine Höhe von 14 mm, eine obere Weite von 12 mm, eine untere Weite von 10 mm haben, oder im Mikro-Platinschiffchen bzw. Porzellanschiffchen.

Behandlung der Tiegel. Das Erhitzen der Tiegel kann auf einem runden, stärkeren Platindeckel oder auf einem kleinen Quarzdreieck erfolgen. Jeder Tiegel wird vor Gebrauch gegläht, dann auf einen Kupfer- oder Aluminiumblock¹⁾ gestellt und damit in den Exsikkator gebracht. Bei Platintiegeln verwendet man zum Anfassen eine Platinspitzenpinzette. Nach 5 Minuten stellt man den Tiegel auf einen zweiten Metallblock, um das Abkühlen zu beschleunigen; nach weiteren 5 Minuten kann er gewogen werden. Bei Porzellantiegeln dauert das Abkühlen 20 bis 30 Minuten.

Veraschen der Substanz. Handelt es sich nur um die Veraschung einer Substanz, stellt man den Tiegel am besten schräg, mit angelehntem Deckel in das Quarzdreieck. Man erhitzt mit der entleuchteten Flamme des Bunsenbrenners zunächst den Deckel und erst nach dem Verkohlen der Substanz beginnt man, damit kein Verlust eintritt (Flugasche), *vorsichtig* von unten zu heizen. Das Veraschen der Substanz läßt sich beschleunigen, wenn man vorübergehend die Flamme zur Seite stellt, nach dem Abkühlen des Tiegels den Rückstand mit *einem* Tropfen Salpetersäure befeuchtet und nach vorsichtigem Erhitzen wieder glüht. Das Anfeuchten mit Salpetersäure kann wiederholt ausgeführt werden. Die Behandlung des Tiegels vor der Wägung ist die gleiche wie früher beschrieben.

Zufügen von Säure. Zum Auftropfen von Säure auf die ein-

¹⁾ Siehe S. 41.

gewogene Substanz oder auf den kohligen Rückstand derselben bedient man sich vorteilhaft, nach C. Weygand¹⁾, eines kleinen, auf einer Seite zu einer Kapillare ausgezogenen Röhrchens, über welches man ein längeres englumiges Schläuchchen (Ventilschlauch für Fahrräder) stülpt. Man kann damit bequem die Säure in das Röhrchen aufsaugen, die Spitze der Kapillare über die Substanz bringen und durch vorsichtiges Blasen einen Tropfen abgeben.

Abrauchen mit Schwefelsäure. Zum Abrauchen einer Substanz mit Schwefelsäure stellt man den Tiegel am besten auf eine Platinunterlage, bringt nach der vorangehend beschriebenen Methode einen Tropfen Schwefelsäure (5fach verdünnt) direkt auf die Substanz, deckt den Tiegel zu und beginnt mit der Bunsenflamme (besser jedoch mit der Flamme eines Meckerbrenners) von oben den Deckel in kurzen Intervallen zu heizen. Nach jeder 3 bis 5 Sekunden langen Berührung des Deckels mit der Flamme entweicht ein winziges Wölkchen Schwefeltrioxyd. Sobald die Schwefelsäure auf diese Weise vollkommen vertrieben ist, kann man das Glühen nach der früher beschriebenen Art fortsetzen. Es wird jedoch meist erforderlich sein, den Zusatz von einem Tropfen Schwefelsäure 1- bis 2mal zu wiederholen. Auf keinen Fall gibt man mehr wie einen Tropfen Schwefelsäure auf einmal zu. Sollte die Verbrennung der Kohle sehr langsam vor sich gehen, so kann man hier ebenso wie früher beschrieben, durch Befeuchten mit Salpetersäure die Verbrennung beschleunigen. Das Erhitzen des Tiegels von oben hat den großen Vorzug, daß ein Überkriechen von Schwefelsäure nicht stattfindet.

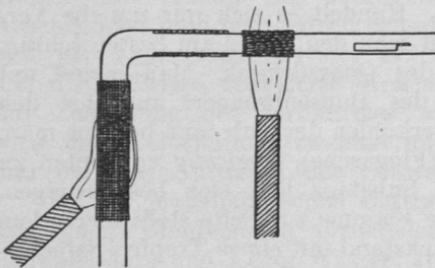


Abb. 29.

Die Mikromuffel. Eine zweite Möglichkeit zum Veraschen und Abrauchen von Substanzen ist durch die Mikromuffel von F. Pregl gegeben (s. Abb. 29). Diese besteht aus einem 10 bis 15 cm langen Verbrennungsrohr (10 mm Durchmesser), welches in ein etwas weiteres rechtwinkelig gebogenes Rohr eingesetzt und mit Asbest

abgedichtet wird. Der senkrecht stehende Schenkel ist 10 bis 15 cm lang und mit einer Drahtnetzrolle umgeben. Durch einen

¹⁾ l. c.

schräggelegten Brenner wird dieser Schenkel geheizt, wodurch ein kontinuierlicher Luftstrom erzeugt wird.

Das Schiffchen mit der eingewogenen Substanz wird in das Rohr eingeführt und durch Näherrücken mit dem Brenner allmählich erhitzt bzw. geglüht. Das Arbeiten mit der Mikromuffel ist bequem, aber nicht so vorteilhaft wie das Arbeiten mit dem Tiegel. Durch Aufblähen der Substanz kann es zu einem Verlust kommen¹⁾, desgleichen läßt sich das Überkriechen der Schwefelsäure nur vermeiden, wenn man die Dosierung derselben richtig trifft; am besten durch mehrmaliges Zusetzen einer minimalen Menge.

Allgemeine Richtlinien für die Durchführung der Rückstandsbestimmung.

1. Die Bestimmung von Gold, Silber, Platin oder Chrom in Salzen wird nur im Porzellantiegel ausgeführt; für die übrigen Metalle können Porzellan- oder Platintiegel verwendet werden.

2. Durch Abrauchen mit Schwefelsäure (eventuell unter Zusatz von Salpetersäure) werden als Sulfate bestimmt: Natrium, Kalium, Cäsium, Magnesium, Kalzium, Strontium, Barium, Mangan, Cadmium und Blei. Bei der Bestimmung von Blei muß bei der Veraschung im Platintiegel unbedingt Salpetersäure zugefügt werden, um die Reduktion zu elementarem Blei zu verhindern; besser verwendet man einen Porzellantiegel. Bei Bestimmung von Natrium und Kalium empfiehlt es sich, nach dem Abrauchen der Schwefelsäure eine geringe Menge Ammoniumcarbonat zuzusetzen, um den ganzen Rückstand, beim Glühen, in neutrales Sulfat überzuführen. *Bei allen Bestimmungen, bei welchen der Rückstand als Sulfat zur Wägung kommt, darf nur schwach geglüht werden.*

3. Durch einfache Verbrennung der Substanz, eventuell unter Anwendung von Salpetersäure werden als Oxyde bestimmt: Aluminium, Chrom, Eisen und Kupfer. Bei diesen Bestimmungen wird kräftig geglüht.

4. Durch einfaches Verbrennen der Substanz eventuell unter Anwendung von Salpetersäure werden als Metalle bestimmt: Gold, Silber und Platin.

5. Bei Bestimmung von Kobalt und Nickel empfiehlt es sich, die Veraschung der Substanz im Wasserstoffstrom durchzuführen (Porzellanschiffchen in einem Verbrennungsrohr) und die Metalle als solche zur Wägung zu bringen.

¹⁾ A. Meixner und F. Kröcker, Mikrochemie V, 130 (1927).