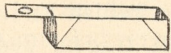


Vorbereitung der Substanz zur Analyse.

Die Wägung der Substanz und deren Verbrennung erfolgt in einem kleinen Platinschiffchen¹⁾ (Fig. 284). Dieses habe ich mir durch Zusammenbiegen eines Stückes Platinblech auf einer entsprechend zugeschnittenen Form aus Holz zusammengebogen. Die beiden Schmalwände stellen Quadrate von 4 mm Seite dar, die Länge des Troges beträgt 15 mm, die des Griffes 6 mm. In der Mitte des Griffes ist ein rundes Loch von 2 mm

Fig. 284.

Platinschiffchen
(nat. Größe).

Durchmesser ausgestanzt. Vor jeder Verbrennung wird das Schiffchen in verdünnter Salpetersäure ausgekocht, an einem Platinhäkchen bis zum Verschwinden der Na-Flamme ausgeglüht und auf einen Kupferblock gestellt. In wenigen Sekunden erreicht es auf diesem die Temperatur des Wagenzimmers. Nach der Verbrennung mancher Körper erwies sich sein Gewicht auch nach dem Auskochen mit Salpetersäure größer als zuvor; Ausschmelzen mit saurem Kaliumsulfat oder Erhitzen mit Flußspat und Schwefelsäure stellten dann stets wieder sein ursprüngliches Gewicht her. Man fasse und übertrage das Schiffchen z. B. vom Kupferblock auf die Wage oder ins Verbrennungsrohr stets nur mit einer rein gewaschenen und geglühten, mit Platinspitzen versehenen Pinzette.

Ist der zu analysierende Körper lufttrocken zu verwenden, so wird er mit Hilfe der rein abgewischten Spitze eines Federmessers in das zuvor offen gewogene Schiffchen in einer Menge von rund 10 mg eingebracht und gewogen. Ich habe niemals weniger als 7 mg und nie mehr als 13 mg angewendet.

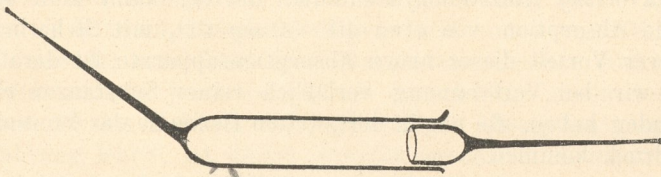
Vor dem Auflegen auf die Wage faßt man das Schiffchen mit der linken Hand mittelst der Platinpinzette, klopft zum Zwecke der Verteilung der Substanz am Boden des Schiffchens einige Male mit dem Zeigefinger der Rechten auf die Linke und pinselt das Schiffchen von allen Seiten sorgfältig mit einem feinen Marderhaarpinsel ab.

Bei hygroskopischen Körpern verbietet sich die Wägung im offenen Schiffchen, und man ist daher genötigt, sowohl das leere Schiffchen, als

auch dieses samt der Substanz in einem Wägläschen (Fig. 285) unterzubringen.

Um den Einfluß der Erwärmung infolge Anfassens des Wägläs-

Fig. 285.



Wägläschen für das Schiffchen (nat. Größe).

chens beim Einführen des mit der Platinspitzenpinzette gefaßten Schiffchens möglichst auszuschalten, habe ich beistehende Form gewählt; die langen und dünnen Griffe nehmen, da ihre Masse klein ist, trotz der

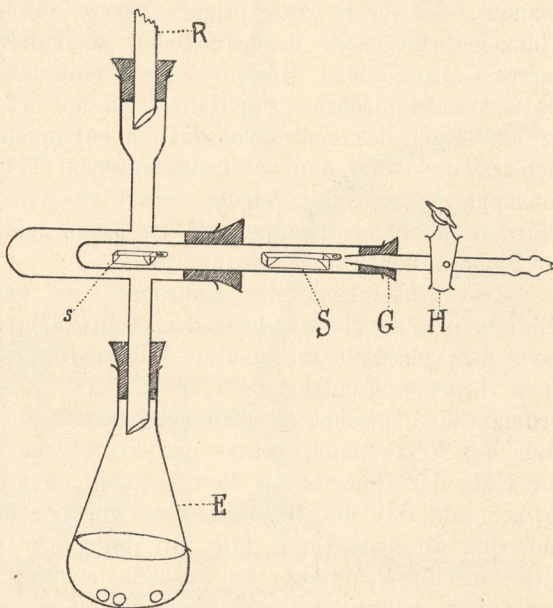
¹⁾ Zu beziehen von der Platinschmelze Heraeus in Hanau a. M.

großen Wärmekapazität des Glases nur sehr wenig Wärme auf, und man erreicht in längstens einer Minute die gewünschte Gewichtskonstanz.

Es soll ausdrücklich hervorgehoben werden, daß das Wäagegläschen weder im Exsikkator noch bei höherer Temperatur getrocknet werden darf; man hebe es stets unter einer Glocke im Wagezimmer auf, damit seine Oberfläche seine konstante Sättigung mit Wasser beibehält.

Ist es notwendig, den Körper zu trocknen, so wird man ihn samt Schiffchen entweder in den Exsikkator auf ein Uhrglas stellen oder, wenn

Fig. 286.



Apparat zum Trocknen im Vakuum bei konstant hoher Temperatur.

E Erlenmeyerkölbchen mit Siedeflüssigkeit und 3 Siedeperlen aus Porzellan. *R* Rückflußkühler. *H* Glashahn. *G* Gummi-Stopfen (die übrigen sind Korke). *s* Schiffchen mit der gewogenen Substanz. *S* großes Schiffchen mit Absorptionsmittel.

abgewogene Substanz schiebt man in die kleine Eprouvette bis an deren Ende, indem man das Schiffchen (*s*) zum Schutz vor Beschmutzung auf ein kleines Stück Messingblech stellt und dieses vorschiebt. Nahe der Öffnung dieses Röhrchens stellt man, ebenfalls auf einem Blechstückchen, ein etwa doppelt so großes Platinschiffchen (*S*), das mit dem entsprechenden Trockenmittel gefüllt ist. Meist lege ich lange Asbestfasern hinein und befeuchte sie mit 5—8 Tropfen konzentrierter Schwefelsäure. Durch ein unter dem herausragenden Teil der Eprouvette angebrachtes Stück Asbestpappe schützt man das Trockenmittel vor Erwärmung. Die Mündung des Röhrchens wird mit einem mit Glashahn (*H*) versehenen Gummi-Stopfen (*G*) verschlossen und mit der Wasserstrahlpumpe evakuiert. Dieses Auspumpen ist zu wiederholen, sobald die Flüssigkeit im Kölbchen ins Sieden geraten und der Rückflußkühler (*R*) in lebhaftige Tätigkeit gekommen ist. In der Regel genügt 5—10 Minuten währende Trocknung, um bei zirka 10 mg Substanz Gewichtskonstanz zu erreichen.