

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.

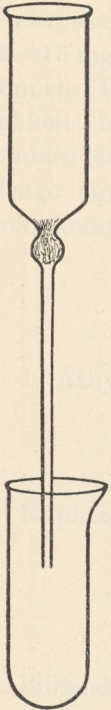


Abb. 40.
Mikrotrichter
und
Mikrobecher.
(Nat. Größe.)

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