

# Beiträge zur Gewichtsanalyse mit der Mikrowaage von Kuhlmann.

Von **A. Benedetti-Pichler**.

(Aus dem Laboratorium für allgem. Chemie an der Techn. Hochschule in Graz.)

(Eingelangt am 3. Juli 1929.)

## 1. Über das Trocknen der Niederschläge.

Im hiesigen Institut wird zur Niederschlagsbehandlung beim Arbeiten mit der mikrochemischen Waage von WILH. H. F. KUHLMANN fast ausschließlich das Filterstäbchen von F. EMICH benutzt. Die Fällung erfolgt bekanntlich<sup>1)</sup> in einem Mikrobecher, die Lösung und die Waschflüssigkeiten werden durch den Tauchfilter, das Filter- oder Saugstäbchen, abgezogen. Der gewaschene Niederschlag befindet sich schließlich zum Teil auf der Filterschicht des Stäbchens, nicht unbeträchtliche Mengen bleiben auch häufig im Becher zurück. Becher und Stäbchen werden mit dem Niederschlag zusammen getrocknet und gewogen. Das Trocknen erfolgte bis vor kurzem in einem gewöhnlichen Trockenschrank, obschon Professor Dr. F. EMICH bereits vor Jahren empfahl, es in einem Glasrohr unter Durchsaugen von Luft vorzunehmen.

Der Versuch bewies mir nun, daß die letzterwähnte Trockenmethode außerordentlich vorteilhaft ist. Das Trocknen erfolgt in sehr kurzer Zeit, die Apparate sind vor Staub geschützt und außerdem kann das Trocknen ohne jede Änderung der Apparatur in jedem beliebigen Gasstrom erfolgen. Die Abb. zeigt die Trockenvorrichtung<sup>2)</sup>, die sich nun seit einem halben Jahre bei den verschiedensten Bestimmungen bewährt hat. Das Trockenrohr T wird in dem mit Gas geheizten Aluminiumblock, der dem Regenerierungsblock von F. PREGL<sup>3)</sup> nachgebildet ist, durch die beiden Korke<sup>4)</sup> K gehalten. Die beiden Korke werden beim Einlegen des

<sup>1)</sup> F. EMICH, Mikrochemisches Praktikum. S. 63. München 1924; Lehrbuch der Mikrochemie. S. 84. München 1926.

<sup>2)</sup> Die Trockenvorrichtung kann vom Mechaniker K. SCHMITT, Graz, Lessingstraße 25, bezogen werden.

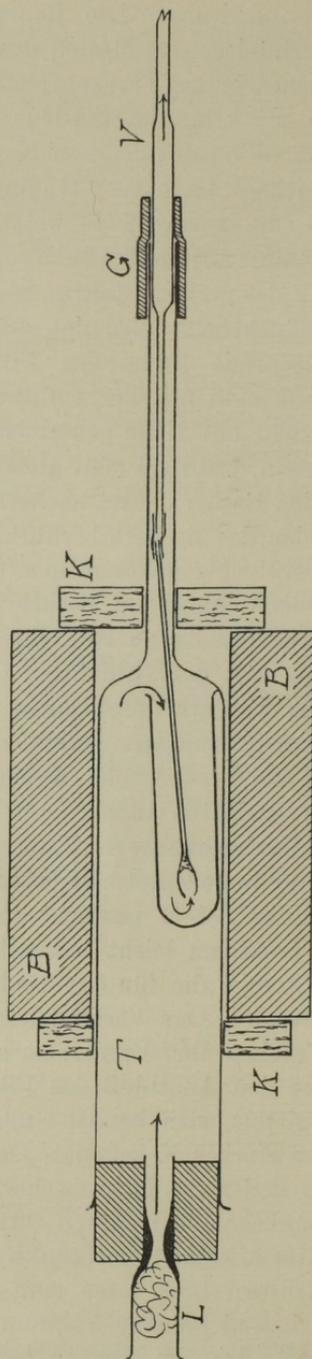
<sup>3)</sup> F. PREGL, Die quantitative organische Mikroanalyse, Berlin 1923.

<sup>4)</sup> Vergl. auch hierzu die Befestigung des F. PREGL'schen Mikroexsiccatoren im Regenerierungsblock.

Rohres an den Block angedrückt. Die Reibung an den Seitenwänden des Blockes verhindert das Rollen des Trockenrohres.

Um Becher und Stäbchen in das Trockenrohr einzuführen, nimmt man letzteres aus dem Block heraus und legt es auf den Arbeitstisch. Je eine ebene Fläche an den Korken K gibt auch in diesem Falle dem Rohr eine sichere Lage. Der Gummistopfen bei L wird entfernt und das Verbindungsrohr V so weit in das Trockenrohr eingeschoben, daß das normalerweise im Trockenrohr befindliche Ende aus der Mündung des weiten Rohres bei L herausragt. Mit Hilfe eines Gummischläuchchens wird das aus der Mündung des Mikrobeckers herausstehende Ende des Filterstäbchens abgeschlossen. Dann ergreift man mit der rechten Hand das Verbindungsrohr bei V und zieht mit Hilfe desselben das Filterstäbchen in das Trockenrohr hinein, während man gleichzeitig mit den Fingern der linken Hand den Becher derart nachschiebt, daß das Saugstäbchen stets den Boden des Beckers berührt. Die mit der Innenseite des Beckers in Berührung gekommenen Teile des Filterstäbchens müssen selbstredend immer im Becher belassen werden, da man sonst Niederschlagsverluste zu befürchten hätte. Schließlich führt man den Stopfen mit dem Luftfilter L ein und setzt die Vakuumpumpe, mit der V stets durch einen Schlauch von 2 mm Innen- und 4 mm Außendurchmesser verbunden ist, in Tätigkeit. Dann erst bringt man das Trockenrohr in den auf die gewünschte Trocknungstemperatur erhitzten Block.

Der Weg, den der durchgesaugte Luftstrom nimmt, ist in der Abbildung durch Pfeile angedeutet. Selbstverständlich muß die Gummischlauchverbindung bei G gasdicht sein. Damit das Verbindungsrohr V aber trotzdem leicht beweglich bleibt, besitzt es nur über eine kurze Strecke die für das Dichthalten der Verbindung G erforderliche Weite. Das Verbindungsrohr muß natürlich länger sein als das Trockenrohr. Ferner ist erforderlich, daß das Schlauchstück, welches den Anschluß des Filterstäbchens an das Verbindungsrohr vermittelt, sich bereits außerhalb des erhitzten Rohrteiles jenseits des Korkes K befindet. Da der Kopf des Stäbchens gleichzeitig den Boden des Mikrobeckers berühren soll, muß der Stiel der Filterstäbchen wenigstens 90 mm lang genommen werden. In das Luftfilter L kommt ein Bausch langfaseriger Watte. Das Lumen des Luftfilterrohres lasse man nur auf etwa 1 mm zusammenfallen. Ein irgend höheres Vakuum ist im Trocknungsraum nicht vorteilhaft. Die im Becher befindlichen Reste der



Waschflüssigkeit verdampfen dann zu rasch und man erhält unerwünschte Kondensate an allen kalt gehaltenen Teilen des Trockenrohres. Will man im späteren Verlauf des Trocknens das Vakuum verstärken, so kann dies jederzeit erfolgen, indem man in die äußere Mündung des Luftfilters einen Stopfen mit einer feinen Kapillare einsetzt. In ähnlicher Weise kann auch die Verbindung mit einer geeigneten Gasquelle erfolgen, wenn die Trocknung nicht in Luft, sondern in einem anderen Gase vorgenommen werden soll.

## 2. Bestimmung des Aluminiums.

Die gewichtsanalytische Bestimmung kleiner Aluminiummengen bot vor der Entdeckung der hervorragenden Eignung der 8-Oxychinolinverbindung<sup>5)</sup> als Wägungsform beträchtliche Schwierigkeiten. Zwar war es J. DONAU<sup>6)</sup> bereits im Jahre 1911 gelungen, das Aluminium als Aluminiumoxyd zur Wägung zu bringen. J. DONAU sammelte das Oxydhydrat in einem kleinen Filterschälchen aus Platinfolie. Der zunächst gut getrocknete Niederschlag konnte in den leichten Schälchen heftig geglüht werden. Da ferner zur Wägung NERNST-Waagen benutzt wurden, deren Gehäuse gut abgedichtet und mit Trockenmitteln beschickt war, konnte auch der Absorption von Wasserdampf durch das geglühte Aluminiumoxyd begegnet werden.

Als nun der Verfasser vor mehreren Jahren den Versuch unternahm, unter Benutzung der KUHLMANN-Waage die Bestimmung des Aluminiums durch Wägung des Oxydes durchzuführen, wurden zunächst ganz unbrauchbare Resultate erhalten. Eine Nachprüfung des entsprechenden Makroverfahrens (das Hydroxyd wurde stets aus sulfathaltigen Lösungen ausgefällt) führte zu den folgenden Feststellungen<sup>7)</sup>:

1. Durch andauerndes Erhitzen eines Aluminiumoxydhydratniederschlags auf Gelbglut erhält man nie reines Aluminiumoxyd. Das Glühprodukt ist stark hygroskopisch und enthält bekanntlich, falls die Fällung aus sulfathaltiger Lösung erfolgte, auch stets Schwefelsäure. Erst durch Erhitzen auf beginnende Weißglut wird ein Oxyd erhalten, das nur mehr wenig hygroskopisch ist und keine

<sup>5)</sup> B. BERG, Ztschrft. f. analyt. Chem., 71, 369 (1927); F. L. HAHN und K. VIEWEG, ebenda, Seite 122.

<sup>6)</sup> Monatshefte für Chemie, 32, 1115 (1911).

<sup>7)</sup> Man sehe hierzu noch die Arbeiten von: F. L. HAHN mit H. BRUNEE, Ztschrft. f. analyt. Chem., 71, 125 (1927), und G. JANDER u. O. RUPERTI, Ztschrft. f. anorgan. Chem., 153, 253 (1926).