

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

Schwefels unter Anwendung von  $\frac{1}{70}$  n-Lösungen zu finden, sowie jene Zahlen, die bei der Molekulargewichtsbestimmung nach der Siedepunktmethode bei Anwendung von nur 1,50 ccm der häufigst verwendeten Lösungsmittel gebraucht werden.

Da in Küsters logarithmischen Rechentafeln leider die Multipla für die Methoxyl-, Äthoxyl-, Methyl- sowie für die Carboxylgruppe fehlen, sind auch diese, da man sie besonders häufig bei der Formelberechnung braucht, hier aufgenommen worden.

Gesucht:	Gefunden:	Faktor:	Log:
C	CO <sub>2</sub>	0,2727	43 573
H	H <sub>2</sub> O	0,1119	04 884
Cl	AgCl	0,2474	39 337
Br	AgBr	0,4256	62 896
J	AgJ	0,5405	73 283
S	BaSO <sub>4</sub>	0,1374	13 792
K	K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0,4487	65 198
Na	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0,3238	51 026
Mg	MgO	0,6032	78 044
Ca	CaSO <sub>4</sub>	0,2943	46 883
Ba	BaSO <sub>4</sub>	0,5885	76 971
Co	CoSO <sub>4</sub>	0,3804	58 019
Cr	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,6842	83 519
Al	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,5303	72 455
Fe	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,6994	84 473
Mn	MnSO <sub>4</sub>	0,3638	56 083
Cu	CuO	0,7989	90 250
Pb	PbSO <sub>4</sub>	0,6831	83 449
	PbO	0,9283	96 768
	PbO <sub>2</sub>	0,8662	93 760
Sn	SnO <sub>2</sub>	0,7877	89 634
O · CH <sub>3</sub>	AgJ	0,13213	12 100
O · C <sub>2</sub> H <sub>4</sub>	AgJ	0,19182	28 290
CH <sub>3</sub>	AgJ	0,06399	80 609

1 ccm einer  $\frac{1}{70}$ -Lösung entspricht 0,2291 mg S; log.: 35 997

1 ccm einer  $\frac{1}{100}$  n-Lösung entspricht 0,16035 mg S; log.: 20 507

1 ccm einer  $\frac{1}{100}$  n-Silbernitratlösung entspricht:

0,3102 mg O · CH<sub>3</sub>                      log.: 49 170

0,1502 mg CH<sub>3</sub>                              log.: 17 679

## Multipla von:

O · CH <sub>3</sub>		O · C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	
1.	31,02(4) 49 170	1.	45,04 65 360
2.	62,05 79 273	2.	90,08 95 463
3.	93,07 96 881	3.	135 12 13 072
4.	124,10 09 376	4.	180,16 25 568
5.	155,12 19 167	5.	225,20 35 257
6.	186,14 26 985	6.	270,24 43 175

CH <sub>3</sub>		COOH	
1.	15,02(4) 17 679	1.	45,008 65 329
2.	30,05 47 781	2.	90,016 95 431
3.	45,07 65 391	3.	135,024 13 039
4.	60,10 77 884	4.	180,032 25 534
5.	75,12 87 576	5.	225,040 35 226
6.	90,14 95 494	6.	270,048 45 144

## Berechnung des Molekulargewichtes.

$$M = K \frac{100 \cdot s}{L \cdot \Delta t} = 100 \cdot \frac{K}{L} \cdot \frac{s}{\Delta t}$$

$M$  = gesuchtes Molekulargewicht,

$K$  = Siedepunktskonstante,

$s$  = Gewicht der angewendeten Substanz,

$L$  = Gewicht des Lösungsmittels,

$\Delta t$  = beobachtete Siedepunktserhöhung.

Äthyläther (Siedepunkt 35°,  $d_{15^\circ} = 0,720$ )

$$v = 1,5 \text{ ccm} \quad \frac{K}{L} = 19,54$$

$$L = 1,080 \text{ g} \quad \log \frac{K}{L} = 29 086$$

$$K = 21,1$$

Aceton (Siedepunkt 56,3°,  $d_{15^\circ} = 0,797$ )

$$v = 1,50 \text{ ccm} \quad \frac{K}{L} = 14,30$$

$$L = 1,20 \text{ g} \quad \log \frac{K}{L} = 15 527$$

$$K = 17,1$$

Chloroform (Siedepunkt  $61^\circ$ ,  $d_{15} = 1,50$ )

$$v = 1,5 \text{ ccm} \quad \frac{K}{L} = 16,27$$

$$L = 2,25 \text{ g} \quad \log \frac{K}{L} = 21 \text{ 130}$$

$$K = 36,6$$

Äthylalkohol (Siedepunkt  $78^\circ$ ,  $d_{15} = 0,793$ )

$$v = 1,50 \text{ ccm} \quad \frac{K}{L} = 9,664$$

$$L = 1,190 \text{ g} \quad \log \frac{K}{L} = 98 \text{ 515}$$

$$K = 11,5$$

Benzol (Siedepunkt  $80^\circ$ ,  $d_{15} = 0,885$ )

$$v = 1,50 \text{ ccm} \quad \frac{K}{L} = 20,11$$

$$L = 1,328 \text{ g} \quad \log \frac{K}{L} = 30 \text{ 331}$$

$$K = 26,7$$

Wasser (Siedepunkt  $100^\circ$ ,  $d_{15} = 0,99913$ )

$$v = 1,5 \text{ ccm} \quad \frac{K}{L} = 3,469$$

$$L = 1,499 \text{ g} \quad \log \frac{K}{L} = 54 \text{ 026}$$

$$K = 5,2$$

Eisessig (Siedepunkt  $118^\circ$ ,  $d_{15} = 1,063$ )

$$v = 1,50 \text{ ccm} \quad \frac{K}{L} = 18,77$$

$$L = 1,598 \text{ g} \quad \log \frac{K}{L} = 27 \text{ 354}$$

$$K = 30,0$$