

Anhang.

Angaben über die zu analysierenden Materialien.

Es empfiehlt sich, die zu analysierenden Substanzen, somit möglich in Form von Lösungen, derart auszugeben, daß ihre Menge den Praktikanten unbekannt bleibt. Die meisten Vorschriften dieses Büchleins sind auf dieses Verfahren zugeschnitten, welches sich in vielen Laboratorien seit langen Jahren bewährt hat, übrigens auch bei den Praktikanten beliebt ist.

Bei den von den Praktikanten selbst abzuwägenden Mineralien u. dgl. hält man von jeder Substanz eine Reihe verschieden zusammengesetzter Präparate vorrätig, wie man sie durch Mischen zweier analysierter Proben nach wechselnden Mengenverhältnissen leicht in beliebiger Zahl herstellen kann. Wo man die Kosten nicht scheut, kann man auch analysierte Mineralien und Legierungen aus dem Handel (z. B. von Gebr. Hoepfner-Hamburg 1) beziehen.

Bei den in Form von Lösungen ausgegebenen Analysen mißt der Assistent dem Praktikanten eine gewisse Anzahl Kubikzentimeter der Vorratslösung von bekanntem Gehalt in einen 100 ccm-Meßkolben hinein zu und verdünnt sie sogleich mit etwas Wasser, während der Praktikant das Auffüllen der Flüssigkeit bis zur Marke zu besorgen hat. Die Prüfung der von den Praktikanten abgegebenen Analysenresultate wird erleichtert, wenn sich der Assistent für jede Lösung eine kleine Tabelle (nach dem S. 21 beschriebenen graphischen Verfahren) zusammengestellt, welche für die gewöhnlich zur Analyse auszugebende Anzahl Kubikzentimeter (Näheres hierüber siehe unten) die von den Praktikanten zu findenden Gewichtszahlen enthält (durchweg auf 25 ccm¹ der auf 100 ccm aufgefüllten Lösung berechnet).

Wenn zwei Bestandteile in einer Lösung zu bestimmen sind, gibt man dieselben in gegeneinander wechselnden Verhältnissen aus, mischt z. B. für die Bestimmung von Chlor und Natrium (Nr. 31) eine Natriumchlorid- und eine Natriumsulfatlösung.

Aus den folgenden, zunächst für den Assistenten bestimmten Tabellen können auch die Praktikanten die ungefähre Zusammensetzung der von ihnen zu analysierenden Lösungen ersehen.

Die erste Tabelle enthält alle für die vorgeschriebenen Aufgaben erforderlichen Lösungen und festen Analysesubstanzen. Bei ersteren sind die zweckmäßigsten Konzentrationen und die Herstel-

¹ Da die Analysen meist mit 25 ccm ausgeführt werden. Ausnahme: Analyse 32.

lungsart angegeben. Ihr Titer wird in der Regel durch eine maß- oder gewichtsanalytische Bestimmung (womöglich durch Elektrolyse) zu ermitteln bzw. nachzuprüfen sein. Bei den mit * bezeichneten kann in Anbetracht der Reinheit des aufgelösten Materials hiervon abgesehen werden. Je nach der Zahl der analytisch arbeitenden Praktikanten sind die Lösungen in Mengen von 1—5 Litern (die Tabelle führt die in 1 l aufzulösende Substanzmenge a_n) herzustellen. Man hebt sie am besten in Flaschen mit Gummistopfen auf und schüttelt sie gut durch, ehe man ihnen Teile entnimmt. Zum Abmessen der für die meisten Analysen auszugebenden 20—30 oder 40—50 ccm empfehlen sich „Ausgabepipetten“ der durch Abb. 40 veranschaulichten Art¹. Sie bestehen aus recht starkwandigem Glas. Bei der Benutzung wird das obere Ende durch einen Gummischlauch mit einem engebohrten Hahn und einem Mundstück verbunden. Die Länge des unteren Rohres ist hier für 5 l-Vorratsflaschen berechnet. Sollen 40—50 ccm abgemessen werden, so füllt man die Pipette zweimal, das erstemal bis zur 20 ccm-Marke. In großen Laboratorien, wo die einzelne Lösung oft benutzt wird, kann man auch mit jeder Vorratsflasche eine Bürette fest verbinden; dann fallen die Ausgabepipetten weg.

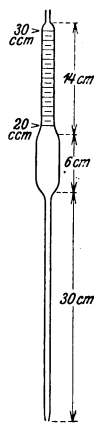


Abb. 40.
Ausgabepipette.

Die eingeklammerten Zahlen der Tabelle weisen auf die Analysen hin, bei welchen die Lösungen oder Substanzen gebraucht werden.

A. Lösungen.

1. Aluminiumsulfat (37), 180 g $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18 \text{H}_2\text{O}$; mit HCl schwach angesäuert.
2. Antimonchlorid (23, 42), 50 g reinstes SbCl_3 , mit HCl schwach angesäuert.
3. Arsentrioxyd* (20), 20 g gepulvertes As_2O_3 pro analysi, in wenig Natronlauge gelöst, mit HCl schwach angesäuert.
4. Bleinitrat I*, verdünnt (44), 0,020 g $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ pro analysi.
5. Bleinitrat II* (48), 30 g $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ pro analysi.
6. Calciumchlorid (16), 25 g $\text{CaCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ pro analysi.
7. Eisen III-chlorid (13, 37, 40), 100 g $\text{FeCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ pro analysi; in schwach salzsaurem Wasser.
8. Eisen II-Ammonium-sulfat (52), 150 g $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ pro analysi; in schwach schwefelsaurem Wasser.
9. Kaliumarsenat* (42), 35 g KH_2AsO_4 pro analysi.

¹ Das obere Rohr ist in zehntel Kubikzentimeter geteilt.

10. Kaliumbromid* (35), 70 g KBr pro analysi.
11. Kaliumchlorid* (35, 36, 53), 40 g KCl pro analysi.
12. Kaliumdichromat* (19), 30 g $K_2Cr_2O_7$ pro analysi.
13. Kaliumjodid* (53), 35 g KJ pro analysi.
14. Kaliumnitrat* (10, 57), 40 g KNO_3 pro analysi.
15. Kupferniträt (47, 49), 150 g $Cu(NO_3)_2 \cdot 3 H_2O$ pro analysi.
16. Kupfersulfat* (24, 32, 45, 46), 90 g $CuSO_4 \cdot 5 H_2O$ pro analysi.
17. Mangan II-chlorid (40), 150 g $MnCl_2 \cdot 4 H_2O$ pro analysi.
18. Natriumcarbonat* (11), 5 g Na_2CO_3 pro analysi.
19. Natriumchlorid* (28, 31, 36), 20 g NaCl pro analysi.
20. Natriumhydroxyd (11), 15 g NaOH; der Carbonatgehalt ist nach Aufgabe 11 zu bestimmen und bei den Berechnungen zu berücksichtigen.
21. Natriumsulfat* (31, 32), 18 g Na_2SO_4 (entwässert) pro analysi.
22. Nickelsulfat (46), 100 g $NiSO_4 \cdot 7 H_2O$ pro analysi.
23. Phosphorsäure (9, 39), 100 g 25proz. H_3PO_4 -Lösung.
24. Quecksilber I-nitrat (50), 50 g $HgNO_3$, aq.; in starker HNO_3 gelöst; Lösung auf einen Gehalt von 1% HNO_3 gebracht, filtriert.
25. Schwefelsäure (7, 8), 20 g H_2SO_4 .
26. Silbernitrat* (26, 47), 65 g reines $AgNO_3$; mit einigen Tropfen HNO_3 angesäuert.
27. Wasserstoffperoxyd (15, 58), käufliche 3proz. Lösung, mit der Hälfte ihres Volums Wasser verdünnt. Der Titer verändert sich beim Aufbewahren und ist durch die Analysen dauernd zu überwachen.
28. Zinkchlorid* (30), 20 g reines Stängenzink; in 100 ccm starker Salzsäure gelöst, mit 100 g NH_4Cl versetzt.

B. Feste Substanzen.

- Antimon - Blei - Sulfid (43); feingepulvertes, inniges Gemisch von reinem Antimontrisulfid und reinem Bleisulfid zu etwa gleichen Teilen.
- Borax (5); in nicht zu großen Krystallen.
- Braunstein (22); gepulvert; z. B. von Wilhelm Minner, Arnstadt i. Thür.
- Chlorkalk (21). Ändert seine Zusammensetzung beim Aufbewahren.
- Cyankalium (29); 100—130proz. (NaCN-haltiges) in Stücken.
- Dolomit (38); in kleinen Stücken, möglichst frei von Gangart und Al und Fe ¹.

¹ Z. B. von Dr. F. Krantz, Rheinisches Mineralien-Kontor, Bonn a. Rh.

Feldspat [Orthoklas] (41); fein gepulvert; z. B. von der Staatl. Porzellan - Manufaktur Berlin.

Kupferkies (34); in kleinen Stücken oder grob gepulvert, frei von Gangart¹.

Kupfersulfat (33).

Kupfer - Zinn - Zink - Legierung (51); 60 bis 80% Cu, 10 bis 20% Sn, 10 bis 20% Zn. Die Mischung der reinen Metalle (Stangen, Granalien oder dgl.) wird in einem Gasofen, z. B. im Rößlerschen Tiegelofen, 20 Minuten auf helle Glut erhitzt. Für 500 g Mischung eignet sich ein 10 cm hoher Schamotte-tiegel. Der Tiegel wird heiß aus dem Ofen genommen und samt seinem dünnflüssigen, schnell mit einem Eisenstab umgerührten Inhalt unter Wasser getaucht. Von den angewendeten Metallen geht nur ein wenig Zink verloren. Die Legierung wird am zweckmäßigsten in die Form von Dreh- oder Feilspänen gebracht.

Magneteisenstein (14); in kleinen Stücken¹.

Zusammenstellung der für die Analysen auszugebenden Substanzmengen.

(L = Lösung; die ersten Ziffern sind die Nummern der Analysen.)

- | | |
|--|------------------------------------|
| 5. Etwa 25 g Borax | |
| 7. 20—30 ccm L 25 | |
| 8. 20—30 ccm L 25 | |
| 9. 20—30 ccm L 23 | |
| 10. 20—30 ccm L 14 | |
| 11. 20—30 ccm L 18 und 20—30 ccm L 20 (Carbonatgehalt von L 20 berücksichtigen!) | |
| 12. Etwa 10 g Natriumoxalat „nach Sörensen“ | |
| 13. 20—30 ccm L 7 | 21. 5 g Chlorkalk |
| 14. 3 g Magneteisenstein | 22. 1 g Braunstein |
| 15. 20—30 ccm L 27 | 23. 20—30 ccm L 2 |
| 16. 20—30 ccm L 6 | 24. 20—30 ccm L 16 |
| 19. 20—30 ccm L 12 | 25. 8 g Natriumchlorid pro analysi |
| 20. 20—30 ccm L 3 | 26. 20—30 ccm L 26 |
| 28. 20—30 ccm L 19 und 5 ccm verd. HNO ₃ | |
| 29. 5 g Cyankalium | |
| 30. 20—30 ccm L 28 | |
| 31. 20—30 ccm L 19 und 20—30 ccm L 21 | |
| 32. 20—25 ccm L 16 und 20—25 ccm L 21 | |
| 33. 20 g Kupfersulfat. | |
| 34. 3 g Kupferkies | |
| 35. 20—30 ccm L 10 und 20—30 ccm L 11 | |
| 36. 40—50 ccm L 19 und 20—30 ccm L 11 | |
| 37. 20—30 ccm L 1 und 20—30 ccm L 7 | |

¹ Vgl. Anm. 1 Seite 138.

38. 5 g Dolomit
 39. 20—30 ccm L 23 und 10 ccm einer salpetersauren 10proz. $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ -Lösung
 40. 20—30 ccm L 7 und 20—30 ccm L 17
 41. 5 g Feldspat
 42. 20—30 ccm L 2 und 20—30 ccm L 9
 43. 2 g Antimon-Blei-Sulfid
 44. 10—40 ccm L 4
 45. 20—30 ccm L 16
 46. 20—30 ccm L 16 und 20—30 ccm L 22
 47. 20—30 ccm L 15 und 20—30 ccm L 26
 48. 20—30 ccm L 5
 49. 20—30 ccm L 15
 50. 20—30 ccm L 24
 51. 3 g Kupfer-Zink-Zinn-Legierung
 52. 20—30 ccm L 8
 53. 20—30 ccm L 11 und 20—30 ccm L 13
 57. 20—30 ccm L 14
 58. 20—30 ccm L 27

Bemerkung: Die Fehlergrenze beträgt bei den meisten Analysen 1—1,5 mg.

Zusammenstellung der zum allgemeinen Gebrauch bestimmten Apparate¹ und Chemikalien.

Apparate

- Achatreischale, 8 cm Durchmesser
 Aluminium-Heizblöcke (Abb. 17)
 Apparat für Ammoniakdestillation (Abb. 25)
 „ „ Arsendestillation (Abb. 29)
 „ „ Bestimmung des Braunsteins nach Bunsen (Abb. 27)
 „ „ Chloraufschluß (Abb. 30)
 „ „ Elektrolysen (Aufg. 45 bis 51)
 „ „ elektrometrische Maßanalyse (Aufg. 52, 53)
 „ „ Gasanalysen nach Hempel (Aufg. 54 bis 56)
 „ „ Herstellung reinen Wassers (Abb. 26)
 „ „ Kohlensäurebestimmung nach Bunsen (Abb. 28)
 „ „ Salpetersäurebestimmung (Abb. 38); dazu drei in $\frac{1}{10}$ ccm geteilte 100 ccm-Meßrohre und ein hoher Standzylinder von der Länge der Meßrohre
 „ „ Wasserstoffperoxyd-Analyse (Abb. 39)
 Aräometersatz
 Ausgabepipette (Abb. 40)
 Babo-Sicherheitsblech
 Diamantmörser (Abb. 2)
 Elektrischer Tiegelofen
 Filtertiegel, 23 mm Durchmesser, mit Vorstoß; Glasrohr (Aufg. 35)
 Fingertiegel aus Quarz (Abb. 19)
 Finkenerturm (Abb. 9)
 Gasentwicklungsgapparate für Cl_2 (Bombe), CO_2 , H_2 (Bombe), H_2S und SO_2 (Bombe)
 Handgebläse
 Hilfsgewichtssatz (Aufg. 1)

¹ Sie werden vom Assistenten gegen Quittung ausgeliehen.

Holzstofftöpfe für Eis
 Luftbad aus Aluminium
 Mekerbrenner
 Mikrobrenner
 Platingeräte: Tiegel, Fingertiegel, Schalen, Elektroden u. a.
 Porzellanplatte, glasiert, mit Vertiefungen, zum Tüpfeln (Aufg. 30)
 Porzellanschalen, innen dunkelglasiert, 300, 400 cm
 Standwaage
 Stöpselflaschen, 3 l

Chemikalien¹

Alkohol	Mangan II-sulfat
Ameisensäurelösung (85%)	Methylorange
Ammonium-carbonat ²	Methylrot
„ -chlorid ²	Natrium-acetat, krystall.
„ -molybdat	„ -bicarbonat.
„ -nitrat	„ -carbonat, krystall.
„ -oxalat	Natrium-carbonat, wasserfrei
„ -persulfat	„ -chlorid ²
„ -phosphat	„ -dichromatlösung, techn.
„ -rhodanid	„ -dihydrophosphat
Barium-chlorid.	„ -hydrosulfid
„ -nitrat	„ -hydroxyd, in Stangen ²
Bleinitrat	„ -oxalat „nach Sörensen“
Brom	„ -sulfid
Calcium-carbonat ²	„ -sulfid
„ -chlorid, gekörnt und gesiebt	„ -thiosulfat
„ -oxyd (aus Marmor), in Stücken	Neßlersches Reagens
Devardasche Legierung	Oxychinolin (Oxin)
Dimethylglyoxim	Perchlorsäurelösung (20%)
Dinatriumhydrophosphat	Phenolphthaleinlösung, alkohol. (1%)
Eisen III-Ammonium-sulfat (Eisen- ammoniakalaun)	Phosphorsäurelösung (25%)
Eisen II-chlorid	Pyrogallol
Fluorescein	Quecksilber
Flußsäure ²	QuecksilberII-chlorid
Glaswolle	„ -jodid
Gummi arabicum	Schmirgelpapier
Hydrazinsulfat	Schwefeldioxydlösung
Indigoschwefelsaures Natrium	Schwefelsäure, roh
Jod (Jod. resubl.)	Siegellack
Kalium-bromat ²	Silbernitrat
„ -bromid	Stärke, lösliche
„ -Eisen II-cyanid ²	Urotropin
„ -jodid	Uranylnitrat
„ -permanganat	Vaselin
Kupfer I-chlorid	Watte
Kupfer II-sulfat, krystall.	Weinsäure
	Zink, in Stangen ²
	Zinn II-chlorid

¹ Wo nichts anderes bemerkt ist, in reinsten Form. Die gewöhnlichen Platzreagentien, Säuren usw., sind hier nicht berücksichtigt.

² „Pro analysi“.