

**228. Th. Weyl: Ueber die Darstellung von metallischem Kupfer für die Elementaranalyse.**

[Aus dem physiologischen Institute zu Erlangen.]

(Vorgetragen in der Sitzung von Hrn. A. Pinner.)

Bei der Darstellung von metallischem Kupfer durch Reduktion von Kuperoxyd im Wasserstoffstrome verdichtet sich, wie seit Langem bekannt, auf dem Metall eine nicht unbeträchtliche Menge von Wasserstoff, welche die Resultate der Elementaranalysen beeinträchtigt.

Bisher versuchte man diesen Fehler auf doppelte Art zu eliminiren. Man erhitzt das reducirte Kupfer vor dem Gebrauche im Luftbade<sup>1)</sup>, oder glüht nach Ritthausen's Vorschlag das mit Wasserstoff behandelte Kupfer in einem starken Strome von Kohlensäure.

Man vermeidet die Verdichtung des Wasserstoffs am besten, wenn man die Reduktion des Kupferoxydes durch die Dämpfe der Ameisensäure herbeiführt.

Da mir diese Methode bei einer grösseren Zahl von Elementaranalysen gute Dienste leistete, gestatte ich mir der Gesellschaft deren Details mitzutheilen.

Ein Erlenmeyer'scher Kolben von 90 ccm Inhalt wird mit ca. 40 ccm Ameisensäure von 1.06 specifischem Gewicht gefüllt und mit einem doppelt durchbohrten Korkstopfen verschlossen. Durch die eine Bohrung geht ein Sicherheitsrohr bis auf den Grund des Kolbens. In der zweiten Bohrung steckt ein mit der unteren Fläche des Stopfens abschneidendes Rohr, welches den Kolben mit dem Verbrennungsrohre und ihrem Inhalte, dem Kupferoxyd, verbindet. Das Verbindungsrohr zwischen Kolben und Kupferoxyd besteht aus schwer schmelzbarem Glase. Es sei weit, aber möglichst kurz.

Gummistopfen und Kautschukverbindungen sind durchaus zu vermeiden.

Ist das im Rohre befindliche Kupferoxyd tüchtig vorgewärmt<sup>2)</sup>, so wird die Ameisensäure zum Kochen erhitzt und das Verbindungsrohr mit einem »Schwanz«-Brenner auf 100° erwärmt und erhalten. Versäunt man letzteres, so condensiren sich die Dämpfe der Säure und bewirken, wenn sie in Tropfenform in die mit Kupferoxyd gefüllte, heisse Röhre eintreten, leicht ein Zerplatzen derselben.

Nach kurzer Zeit beginnt die Reduktion. Ist sie beendet, was für eine Schicht Kupferoxyd von 45 cm Länge ungefähr 20 Minuten

<sup>1)</sup> Oder nach Pflüger im Vacuum (Pflüger's Archiv 18, 117, auch Zeitschr. für analyt. Chem. 18, 301 (1879).

<sup>2)</sup> Die Temperatur darf nicht zu hoch steigen.

in Anspruch nimmt, so schickt man durch das jetzt stärker erhitzte Verbrennungsrohr ungefähr 20 Minuten lang einen starken Strom trockner Kohlensäure, lässt im Kohlensäurestrom erkalten und bewahrt das reducirte Kupfer in der gut verschlossenen Verbrennungsröhre zum Gebrauche auf.

Ein auf diese Weise reducirtes Kupfer ist rein metallisch und frei von Wasserstoff. Man braucht es vor der Benutzung nicht von neuem zu erwärmen, wenn es vor nicht zu langer Zeit dargestellt und gut verschlossen aufbewahrt wurde.

Ich habe die Ameisensäure durch eine andere Flüssigkeit von niedrigerem Siedepunkt zu ersetzen versucht. Von den mir zu Gebote stehenden Körpern erwies sich aber keiner so wirksam als die Ameisensäure.

Erlangen, 27. Mai 1882.

## 229. A. Ladenburg: Zerlegung des Tropins.

IV. Mittheilung.

(Eingegangen am 12. Mai.)

In meiner letzten Mittheilung <sup>1)</sup> findet sich ein kleiner Irrthum, den ich zunächst berichtigen will. Es hatte sich nämlich in die Berechnung der Analyse des Dibrommethylpyridins ein Fehler eingeschlichen, den ich erst nach der Veröffentlichung bemerkt habe. Die richtigen Resultate der Analyse gebe ich in folgendem:

	Gefunden	Ber. für $C_6H_5Br_2N$
C	27.66	28.68 pCt.
H	1.96	2.00 »
N	5.32	5.5 »

Das daraus dargestellte Platinsalz gab bei der Analyse 21.7 pCt. Platin, während die Formel  $(C_6H_5Br_2N)_2PtCl_6H_2$  21.37 pCt. Platin verlangt.

Daraus geht hervor, dass ich kein ganz reines Dibrommethylpyridin in Händen hatte, sondern dass dasselbe mit einer kohlenstoff- und wasserstoffärmeren Verbindung gemengt war. Diese letztere musste, da das Ganze durchaus den Eindruck eines einheitlichen Produkts machte, dem Dibrommethylpyridin sehr nahe stehen, und dies führte mich zur Vermuthung, in dem analysirten Präparat sei neben Dibrommethylpyridin das diesem so frappant gleichende Dibrompyridin enthalten gewesen.

<sup>1)</sup> Diese Berichte XV, 1028.