

Spektroskopische Versuche mit kleinen Flüssigkeitsmengen

von

Julius Donau.

Aus dem Laboratorium für allgemeine Chemie an der k. k. Technischen Hochschule in Graz.

(Vorgelegt in der Sitzung am 9. Juli 1908.)

Die von F. Emich zur Ermittlung der Farbe kleiner Flüssigkeitsmengen vorgeschlagenen Kapillaren,¹ deren Brauchbarkeit in der Polarimetrie bereits dargetan wurde,² haben sich in der Folge auch für spektroskopische Untersuchungen als nützlich erwiesen.

Die Versuche wurden sowohl mit dem gewöhnlichen Spektralapparat³ als auch mit dem Abbe'schen Spektrelokular⁴ ausgeführt. Im ersteren Falle mußten die Kapillaren derartig adjustiert werden, daß sie rasch und bequem eingeführt werden konnten. Zu diesem Behufe wurden sie ähnlich, wie a. a. O.² angegeben, mittels kurzer Schlauchstücke in ein weiteres Schutzrohr befestigt und dann in eine am Spektralapparat fix angebrachte Blendvorrichtung vor dem Spalt so eingeschoben, daß das Spektrum stets an der gleichen Stelle erschien. Bei den Versuchen mit dem Spektrelokular erweisen sich keine weiteren Vorbereitungen nötig; es wurden die Kapillare für sich auf

¹ Monatshefte für Chemie, 28, p. 825 bis 831 (1907).

² Ebenda, 29, p. 333 bis 337 (1908).

³ Spektralapparat nach Kirchhoff und Bunsen Nr. 302, Preisliste von C. A. Steinheil Söhne, München 1894 oder Nr. 510, 1907.

⁴ Der Firma Karl Zeiß in Jena, welche dem Laboratorium ein Abbe'sches Spektrelokular leihweise zur Verfügung stellte, sei auch an dieser Stelle für ihr Entgegenkommen verbindlichst gedankt.

F. Emich.

einen Objektträger gebracht und das Licht derart abgeblendet, daß es nicht seitlich von der Kapillare in das Gesichtsfeld dringen konnte. Die Kapillaren selbst waren von Karl Zeiß in Jena aus schwarzem Glas hergestellt, aus Gründen, die bereits in einer vorhergegangenen Mitteilung² erörtert wurden.

Das Füllen der für das gewöhnliche Spektroskop bestimmten Kapillaren geschah in der Weise, daß man sie, um Erwärmungen durch das Berühren hintanzuhalten, in ein Stativ einspannte, die zu untersuchende Flüssigkeit in die etwas geneigte Röhre hineinfließen ließ und sodann die beiden Enden mittels kleiner Deckgläschen (3 mm Durchmesser) verschloß. Kleine Luftbläschen entfernte man leicht mit Hilfe eines sehr dünnen Platindrahtes. Die in Verbindung mit dem Spektralokular benützten Kapillaren wurden einfach so beschickt, daß man in das auf einem Objektträger stehende Kapillarrohr die zu untersuchende Flüssigkeit eintreten ließ und es dann ebenfalls mittels eines Deckgläschens verschloß.

Die Länge der für das gewöhnliche Spektroskop bestimmten Kapillaren betrug 5 cm, ihr innerer Durchmesser 0·4 mm, während die beim Spektralokular verwendeten Röhrchen 1 cm lang waren und einen nur halb so großen inneren Durchmesser besaßen. Kapillaren von weniger als 0·18 mm Durchmesser erweisen sich wegen der umständlichen Füllung als nicht vorteilhaft.

Bei den Versuchen mit dem Spektralokular wurde mit dem Stativ I C von Karl Zeiß und einer zirka hundertfachen Vergrößerung gearbeitet.

Als Lichtquelle diente für die Versuche mit dem gewöhnlichen Spektroskop ein Nernststift, dessen Bild mit Hilfe einer Sammellinse von großer Brennweite auf die vom Apparat abgewendete Grundfläche der Kapillare projiziert wurde. Bei den Versuchen mit dem Abbe'schen Spektralokular hingegen kam Bogenlicht zur Anwendung, dessen Strahlen mit Hilfe einer Beleuchtungslinse parallel gemacht und mittels eines Spiegels auf den Hohlspiegel des Mikroskopstatives geleitet wurde, über welchem sich der Abbe'sche Kondensor befand.

An dieser Stelle sei bemerkt, daß mit dem Spektralokular auch noch Versuche mit Boraxperlen gemacht wurden, denen

Salze vom Neodym, Praseodym und Erbium zugesetzt worden waren. Während die blaue Neodymperle und die grüne Praseodymperle die charakteristischen Spektren zeigten, waren bei der farblosen Erbiumperle keine Absorptionsstreifen zu bemerken.

Aus der folgenden Tabelle, welche die gewonnenen Resultate in übersichtlicher Zusammenstellung enthält, ist ersichtlich, welche kleine Stoffmengen mit Hilfe der Kapillaren nachgewiesen werden können. Sämtliche Stoffe gelangten in wässriger Lösung zur Anwendung; diese Lösungen wurden entweder in die bis jetzt üblichen Küvetten oder in die Kapillaren gefüllt. Die beobachteten, beziehungsweise der Literatur entnommenen Wellenlängen beziehen sich auf die betreffenden Absorptionsstreifen.

Tabelle 1.
Versuche mit dem Spektralokular.

Wellenlängen in $\mu\mu$	S u b s t a n z			
	Kaliumpermanganat	Neodymnitrat	Praseodymnitrat	Erbiumchlorid
a) Nach Formánek 1.	571, 547, 526, 505, 487	580, 576, 522, 521, 428	482, 444	523, 487, 450
b) In der Kivette beobachtet {	1... 570, 548, 524, 504, 486	580, 575, 522, 520, 426	480, 442	520, 490, 448
	2... 571, 545, 525, 504, 487	580, 576, 522, 520, 428	482, 445	522, 488, 448
	3... 570, 546, 525, 504, 486	580, 575, 521, 520, 428	482, 445	522, 488, 450
Mittel...	570, 546, 525, 504, 486	580, 575, 522, 520, 427	481, 444	521, 489, 449
In der Kapillare beobachtet {	1... 572, 548, 524, 504, —	581, 575, 524, 520, 430	581, 445	522, 488, 451
	2... 570, 546, 526, 507, —	580, 576, 522, 521, 428	483, 445	525, 486, 450
	3... 570, 550, 524, 506, —	582, 575, 522, 520, 226	482, 445	523, 489, 448
Mittel...	571, 545, 525, 506, —	581, 575, 523, 520, 225	482, 445	523, 488, 450
Differenz gegen ^{a)}	0, -2, -1, +1, —	+1, -1, +1, -1, -3	0, +1	0, +1, 0
^{b)}	-1, -1, 0, +2, —	+1, 0, +1, 0, -2	-1, +1	+2, -1, +1
Kleinste nachweisbare Menge des farbigen Ions in $\mu\mu^2$	0.1	2 bis 3	2 bis 3	2 bis 3
Äquivalentempfindlichkeit	1190	zirka 20	zirka 20	zirka 20

¹ Formánek, Die qualitative Spektralanalyse anorganischer Körper. Berlin, Münchenberger.

² Annalen der Chemie, 351. Bd., p. 428.

Tabelle 2.
 Versuche mit dem gewöhnlichen Spektroskop.

Wellenlängen in $\mu\mu$	S u b s t a n z			
	Kaliumpermanganat	Neodymnitrat	Praseodymnitrat	Erbiumchlorid
a) Nach Formánek	571, 547, 526, 505, 487	580, 576, 522, 521, 428	482, 444	523, 487, 450
b) In der Kuvette beobachtet {	1... 571, 548, 524, 505, 490	582, 576, 523, 521, 425	482, 442	525, 488, 450
	2... 573, 550, 525, 504, 488	580, 575, 521, 520, 429	480, 445	522, 488, 450
	3... 570, 546, 526, 508, 486	581, 577, 522, 521, 428	483, 444	524, 487, 448
Mittel...	571, 548, 525, 506, 488	581, 576, 522, 521, 427	482, 444	524, 488, 449
In der Kapillare beobachtet {	1... 573, 547, 526, 504, 487	580, 576, 523, 520, 426	483, 443	524, 489, 450
	2... 572, 548, 525, 505, 486	580, 575, 422, 521, 428	482, 445	523, 488, 451
	3... 574, 548, 526, 504, 488	578, 575, 423, 519, 427	481, 444	521, 486, 449
Mittel...	573, 548, 526, 504, 487	579, 575, 423, 520, 427	482, 444	523, 488, 450
Differenz gegen ^(a)	+2, +1, 0, -1, 0	-1, -1, +1, -1, -1	0, 0	0, +1, 0
Differenz gegen ^(b)	+2, 0, +1, -2, -1	-2, -1, +1, -1, 0	0, 0	-1, 0, +1
Kleinste nachweisbare Menge in μg	0.2	zirka 5	zirka 5	zirka 5
Äquivalentempfindlichkeit	595	zirka 10	zirka 10	zirka 10